

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

Katedra materiálu

VNITŘNÍ JAKOST KATOD PRO PVD POVLAKOVÁNÍ
INNER QUALITY OF CATHODES FOR PVD COATING

Diplomová práce

Květen 2007

Ondřej Kovář

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

Katedra materiálu

Studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Strojírenská technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

VNITŘNÍ JAKOST KATOD PRO PVD POVLAKOVÁNÍ
INNER QUALITY OF CATHODES FOR PVD COATING

KMT – 225

Ondřej Kovář

Vedoucí diplomové práce:

doc. Ing. Břetislav Skrbek, CSc.

Konzultant diplomové práce:

Ing. Ondřej Zindulka

Rozsah práce a příloh:

Počet stran: 56

Počet obrázků: 31

Počet tabulek: 8

Počet příloh: 2

V Liberci květen 2007

oficiální zadání

Obor – specialization:	Strojírenská technologie
Zaměření – focusing:	Materiálové inženýrství
Autor – autor:	Ondřej Kovář
Číslo diplomové práce:	KMT- 225
Vedoucí diplomové práce:	doc. Ing. Břetislav Skrbek,CSc.
Konzultant diplomové práce:	Ing. Ondřej Zindulka

ANOTACE

Téma: Vnitřní jakost katod pro PVD povlakování.

Diplomová práce se zabývá vnitřní jakostí katod pro PVD povlakování. Rešeršní část popisuje základní principy PVD povlakování, teorii ultrazvukové defektoskopie a také AlSi slitiny a jejich vady. Praktická část se zabývá zjišťováním a zkoumáním vad tj. jaká je velikost vady, její typ, četnost vad, a také vztahem mezi náhradní a reálnou vadou. Dále kvalitou výrobcem dodávaných katod. Výsledky jsou zpracovány formou diskuse.

ANNOTATION

Topic: Inner quality of cathodes for PVD coating.

The thesis are concerned on the inner quality of cathodes, used for PVD (physical vapour deposition) coating. Theoretical part describes the principles of PVD coating, theory of ultrasonic defect detection as well as AlSi alloys and their defects. Practical part is concerned on detection and examination of defects; it means what is the size of defect, its type, its frequency and also the relation between the substitutive and the real defects. Furthermore is the quality of the cathodes supplier evaluated also in the thesis. The results are presented in discussion form.

PROHLÁŠENÍ

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum: 22. května 2007

Podpis:

PODĚKOVÁNÍ

Vyjadřuji poděkování vedoucímu mé diplomové práce doc. Ing. Břetislavu Skrbkovi, CSc. a Ing. Ondřejovi Zindulkovi za odborné vedení a za pomoc při konzultacích. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Martinu Janákovi za ochotu a poskytnutí vzorků, a také Ing. Václavu Kubíčkovi a paní Věře Čílové za pomoc při realizaci fotografií vad.

V Liberci, 22. května 2007

Ondřej Kovář

SEZNAM ZKRATEK A SYMBOLŮ

Název	Rozměr, jednotka	Popis
A	m s^{-1}	Amplituda akustických rychlostí vln
c	m s^{-1}	Akustická rychlost
D	1	Činitel průchodu
\overline{D}	m	Střední velikost zrna
E	Pa	Modul pružnosti v tahu
f	Hz	Frekvence
G	Pa	Modul pružnosti ve smyku
m	1	Poměr akustického odporu prostředí
N	W	Výkon ultrazvukové vlny
P	Pa	Amplitudy akustického tlaku
p	Pa	Akustický tlak
P	Pa	Amplituda akustického tlaku
R	1	Poměr amplitud akustického tlaku
S	m^2	Velikost plochy
s	m	Délka vodního sloupce
t	s	Čas
T	S	Perioda (doba kmitu)
x		Proměnná
y		Proměnná
Z	Pa s^{-1}	Akustická impedance
α	rad	Úhel dopadu podélné vlny v prostředí 1
β	rad	Úhel příčné vlny v prostředí 2
Υ	DB m^{-1}	Útlum akustických vln
γ	Rad	Úhel příčné vlny v prostředí 1
δ	Rad	Úhel podélné vlny v prostředí 2
λ	M	Vlnová délka
μ	1	Poissonovo číslo
ρ	kg m^{-3}	Hustota
φ	rad	Fázový úhel
ω	Rad s^{-1}	Úhlová rychlost

OBSAH

1. ÚVOD	10
2. PVD POVLAKOVÁNÍ	11
2.1. Povlaky na kovech a slitinách.....	11
2.2. PVD povlaky.....	11
2.3. Technologický cyklus povlakování	11
2.3.1. Úprava substrátu před povlakováním	11
2.3.2. Standardní metody úprav substrátů před povlakováním.....	12
2.3.3. Standardní metody čištění nástrojů v průběhu PVD procesů	13
2.4. PVD technologie pomocí nízkonapětového oblouku.....	13
2.5. Povlakovací komory	14
3. ULTRAZVUKOVÁ DEFEKTOSKOPIE	15
3.1. Ultrazvukové metody.....	15
3.1.1. Princip impulsové odrazové metody.....	15
3.2. Způsoby zobrazení	16
3.3. Základní pojmy a vztahy.....	18
3.4. Ultrazvukové sondy	24
4. VADY KATOD A JEJICH ZJIŠŤOVÁNÍ.....	27
4.1. Katody.....	27
4.1.1. Popis válcových rotačních katod	27
4.1.2. Slitiny AlSi	27
4.2. Typy vad obecně.....	30
4.2.1. Konkrétní typy vad důležité pro povlakování.....	31
4.3. Metody diagnostiky vad AlSi válců.....	31
4.3.1. Podélné vady.....	31
4.3.2. Příčné vady	33
4.3.3. Válcové vady.	34
4.3.4. Objemové vady.	34
4.4. Náhradní vady.....	34
4.4.1. Metoda srovnávacích měrek	34
4.4.2. Metoda vyhodnocovacího diagramu.....	36
5. PRAKTICKÁ ČÁST	39
5.1. Důležité faktory UZ diagnostiky	39

5.1.1. Rychlost zvuku	39
5.1.2. Blízké pole sond I_0	40
5.2. Detekce vad u odstředivě litých katod	41
5.3. Detekce vad u tažených katod	45
5.4. Kvalita katod.....	47
5.5. Kritická velikost vady	54
6. DISKUSE VÝSLEDKŮ A ZÁVĚR	55

1.ÚVOD

Tato práce byla vytvořena pro podnik SHM Šumperk. Firma SHM Šumperk byla založena roku 1993 a zabývá se přípravou PVD vrstev. Celý proces vytvoření této tvrdé specifické vrstvy prochází řadou složitých operací a musí splňovat řadu podmínek. Jednou z těchto podmínek a zároveň cíl této diplomové práce je zhodnotit vnitřní jakost katod pro PVD povlakování.

Jedním z nejdůležitějších faktorů, týkajících se jakosti katod, je přítomnost vnitřní vady a její velikost. Dalším důležitým faktorem je homogenita struktury. Abych mohl správně popsat a určit jakost, musel jsem na vytipovaných katodách detekovat pomocí ultrazvuku vadu, v místě vady provést destrukci a následné metalografické rozbory. Dále bylo nutné určit vliv velikosti vady na proces povlakování – stanovit kritickou velikost vady. Dalším úkolem bylo prostudovat výsledky pravidelné ultrazvukové kontroly AlSi katod pro SHM Šumperk a zjistit jestli se kvalita dodávaných katod zlepšila nebo horšila a navrhnout opatření pro zefektivnění procesu PVD.

2. PVD POVLAKOVÁNÍ

2.1. Povlaky na kovech a slitinách

Kovy a slitiny mají nejrozličnější specifické vlastnosti, přesto nemohou splňovat všechny požadavky na ně kladené. Hledaly se způsoby jak zlepšit rozhodující vlastnosti ale často to vedlo ke zhoršení jiných vlastností - např. fyzikálních. Proto bylo logické zavést různé metody ochrany povrchu a to povlaky. Cílem povlaků je zajistit vlastnosti, které základní materiál nemá a ani mít nemůže. Jako povlak nazýváme každou látku, která vznikla na povrchu nebo byla nanесena na povrch základního materiálu.

2.2. PVD povlaky

Jde o supertvrdé, otěruvzdorné, nanokompozitní vrstvy, založené na fyzikálních principech. Je to systém tvořený malými krystaly v rozsahu pod 10 nm, které jsou zakotvené ve vhodné amorfni matrici. Jde o termodynamicky stabilní materiály. Mají poměrně krátkou historii, jejíž počátky spadají do počátku sedmdesátých let.

PVD metoda (physical vapour deposition) spočívá v odpaření nebo odprašení pevných materiálů (Ti, Al, Si, Cr, Zr, aj.), ionizaci a nanesení na povrch nástroje při nižších teplotách než 600 °C. V dnešní době se používají dvě PVD technologie, a to magnetronové odprašování nebo odpařování buď laserem nebo nízkonapětovým obloukem.

2.3. Technologický cyklus povlakování

Technologie povlakování sestává z několika procesů. A to je: úprava či příprava substrátu (nástroj nebo jiný dílec, který chceme povlakovat), vlastní technologie povlakování, úprava substrátu po povlakování a kontrola povlaků.

2.3.1. Úprava substrátu před povlakováním

Zásadní a velký vliv na způsob úpravy a zvolení PVD technologie má výběr materiálu nástroje. Různé materiály mohou mít různou odolnost vůči teplotám i vůči chemickým procesům. Proto např. u HM (slinutý karbid) materiálů se volí teplota povlakování 600 °C a u HSS (rychlořezná ocel) 450 °C.

Další významnou technologií úprav substrátů je vybroušení nástroje. Ta zahrnuje stroj, brusný nástroj, chladicí kapalinu a způsob broušení. Kvalita břitu a broušených ploch je z pohledu povlakování velmi důležitá, a to pro dobrou adhezi vrstvy. Při špatné kvalitě může dojít např. k odlupování vrstev.

Úprava nástrojů před povlakováním zahrnuje i běžné mokré čištění nástrojů a etapy fyzikálního iontového čištění. Součástí standardního čištění některých HM nástrojů je i pískování nebo jiná mechanická úprava.

2.3.2. Standardní metody úprav substrátů před povlakováním

Odmaštění – jde o odstranění konzervačních a jiných mastných látek z povrchů nástrojů. Kdysi se provádělo klasicky pomocí petroleje nebo benzínu. Tyto nepříliš ekologické látky jsou dnes nahrazeny průmyslovými odmašťovacími na bázi ropných derivátů, které odpovídají přísným ekologickým normám. Odmašťovací prostředky obsahují dearomatizované uhlovodíky a tenzidy bránící nadměrnému odpařování a zajišťující dobrou smáčivost. Odmaštění probíhá v běžných jednoduchých zařízeních.

Mokré čištění – metody využívající oplachy, tlakové oplachy, ultrazvuk, elektrochemické metody, vakuové sušení. Jako průmyslová zařízení jsou používány mycí linky s několika samostatnými mycími a oplachovými vanami. Většinou se používají kapalné čisticí prostředky, které se čerpadlem dodávají přímo do mycí lázně. Čištění probíhá v alkalickém prostředí, a to nejvíce v roztocích obsahujících KOH a NaOH. Veškeré čisticí lázně jsou prováděny demineralizovanou vodou. Po čištění následují oplachy, které musí odstraňovat zbytky čisticích lázní a tak i chránit očištěný povrch proti korozi pasivátorem.

pískování – je to vhodná průmyslová metoda pro případ sériové výroby vhodných substrátů. Pískováním je možné odstranit pevně ulpívající nečistoty na povrchu. Jako vhodné medium se používá abrasivo SiC nebo Al₂O₃ (umělý korund). velikost abrasivních zrn se pohybuje v nízkých hodnotách, a to 20 až 100 μm. Technologie pískování musí vždy respektovat charakter nástroje, jeho funkční břity a plochu.

Odjehlení – především u nástrojů z HSS. Používá se buď kartáčování nebo ruční odjehlení. U kartáčování musíme dávat pozor na vhodnou volbu kartáčů. Např. u kartáčů s plastovými vlasy může docházet k odlupování plastu a to působí jako abrazivo, které se zachycuje na povrchu substrátu. To může způsobit špatnou kvalitu a adhezi (přilnavost) povlaku.

Stripping – stahování starých povlaků u přebušovaných nástrojů. Stripping je prováděn chemickou a elektrochemickou cestou a využívá silných oxidačních činidel. Např. u nástrojů z HSS se nejčastěji používá roztok peroxidu vodíku, vody a tetranatriumdifosfátu. Provádí se za teploty kolem 70 °C. Po provedeném strippingu je důležité povrch jak opláchnout, tak i krátkodobě pasivovat vhodným činidlem.

U nástrojů z HM je odstraňování povlaků komplikovanější. Nevhodně zvolená technologie může způsobit vyleptání kobaltu ze struktury. Kobaltu je ve struktuře mezi 6 až 12 % a reaguje velmi citlivě na kyselé či zásadité prostředí. Pro tuto technologii se používá také peroxid vodíku, ale v mnohem menší koncentraci a většinou za pokojové teploty.

2.3.3. Standardní metody čištění nástrojů v průběhu PVD procesů

Účelem je zajištění dokonalé adheze povlaku k nástroji. První fází je odplynění nástrojů přehřevem ve vakuu. V případě obloukových technologií následuje doutnavý výboj v argonu a iontové čištění pomocí urychlených iontů kovu (Cr, Ti,...).

2.4. PVD technologie pomocí nízkonapětového oblouku

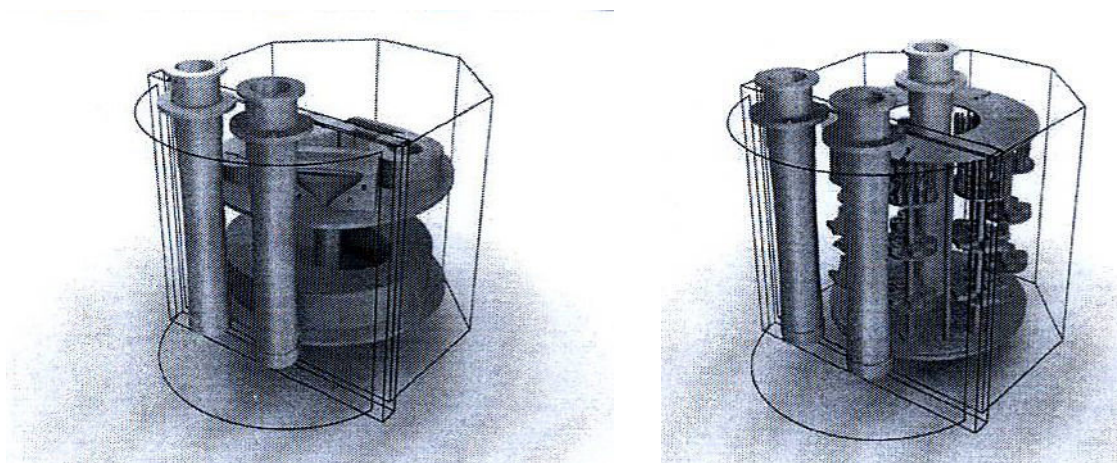
Odpařování pomocí nízkonapětového oblouku patří v oblasti povlakování řezných a tvářecích nástrojů k nejfrekventovanějším. Výhoda nízkonapětového oblouku spočívá v relativně vysoké rychlosti odpařování materiálu katod a také ve vysoké ionizaci plazmatu. Díky vysoké ionizaci plazmatu můžeme připravit povlaky a struktury, které se v přírodě nevyskytují. Obloukové technologie jsou poměrně časově náročné, cyklus trvá několik hodin. Teplota oblouku je kolem 15000°C. Oblouk hoří na povrchu katody a může odpařit prakticky jakýkoliv elektricky vodivý materiál.

Základní princip spočívá v odpaření materiálu katod elektrickým obloukem. Oblouk zároveň materiál katody ionizuje. Ionizovaný materiál je urychlovaný směrem k nástrojům záporným předpětím, které je k nástrojům přiloženo. Poté vytváří ionizované atomy materiálu povrchovými reakcemi na povrchu nástroje vrstvu.

Důležité u PVD povlakování je již zmíněná adheze. U obloukové technologie se vyhovující adheze řeší v několika krocích, to je odplyněním nástrojů při ohřevu na 550 °C, dále evakuací 10^{-3} Pa a také iontovým čištěním s využitím doutnavého výboje – to poskytne dokonalé očištění povrchu.

2.5. Povlakovací komory

Uspořádání katod v povlakovací komoře (obr. 3) může být trojí. Katody mohou být umístěny ve středu komory, centrálně k povlakovaným nástrojům, nebo vně nástrojů, např. ve dveřích, a nebo poslední variantou je kombinace centrálního a bočního umístění. Uspořádání komory může být dvoukatodové, nebo tři i čtyř katodové (obr. 1). Nástroje (obr. 2) určené k povlakování vykonávají v komoře rotační planetový pohyb, což umožní vytvořit stejnoměrnější tloušťku povlaku. To je velice důležité např. pro ovlivnění řezného výkonu povlaků. Do komory je možné umístit až 3,5 – 5 tisíc VBD (vyměnitelných břitových destiček) nebo např. 150 – 300 kusů osových nástrojů (vrtáky) o průměru 12 mm. Provozní tlaky v komoře se pohybují kolem 0,5 – 3 Pa, teploty se pohybují v rozmezí 400 – 550 °C, oblouky mají 400 – 450 A. Celý cyklus trvá asi 2 – 5 hodin



Obr. 1 Dvoukomorové a tříkomorové uspořádání pece.



Obr. 2 Břítové destičky po povlakování



Obr. 3 Povlakovací komora

3. ULTRAZVUKOVÁ DEFEKTOSKOPIE

Zkoušky ultrazvukem tvoří velmi významný obor defektoskopie. Lze jimi dobře popsat vady. Ultrazvuk je mechanické kmitání částic s frekvencí nad 20 000 Hz. Myšlenka zkoušení materiálu ultrazvukem sahá do dvacátých let minulého století, kdy na ni upozornil ruský fyzik Sokolov. Praktického využití se však dočkalo až v padesátých letech z důvodu rozvoje elektroniky. Ultrazvukem je možné zjistit přítomnost vady v materiálu a také její velikost a polohu. V praxi existuje celá řada ultrazvukových metod, největší význam však má impulsová odrazová metoda. Je to nedestruktivní metoda zjišťování vad. Ultrazvuk vzniká přeměnou určitého druhu energie (např. kinetické) na energii ultrazvukovou

3.1. Ultrazvukové metody

Ultrazvukových metod je několik a to: *průchodová metoda, odrazová metoda, rezonanční metoda a ostatní metody*. Každá z těchto metod má svůj význam. Je důležité pro měření zvolit vhodnou metodu. Pro naše měření je nejvhodnější impulsová odrazová metoda.

3.1.1. Princip impulsově odrazové metody

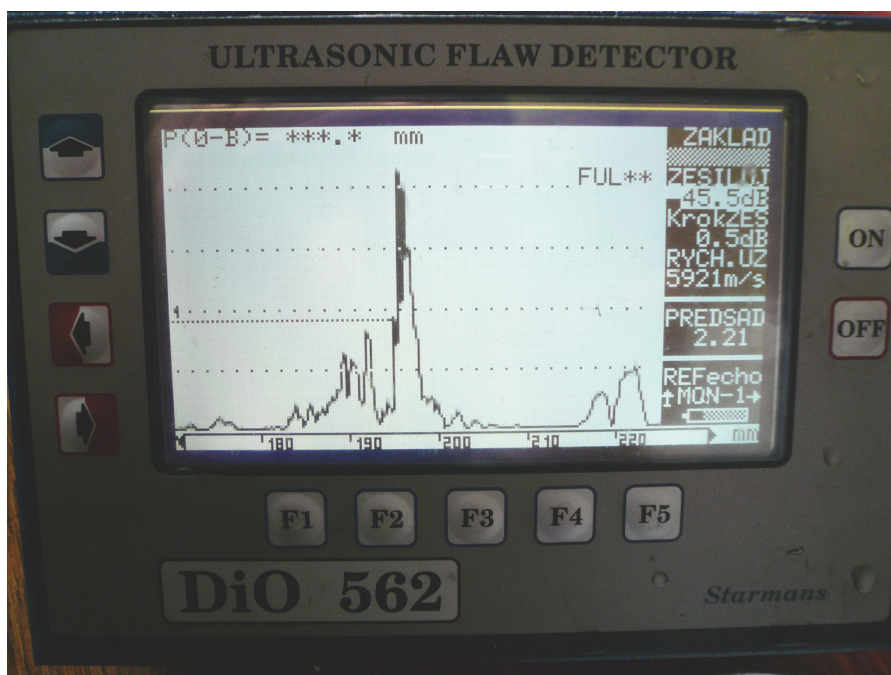
Synchronizační generátor spouští s tzv. opakovací frekvencí (200-1000 Hz) současně generátor G a obvody časové základny. Generátor budí vysokonapětovým impulsem piezoelektrický měnič, který se krátkodobě rozkmitá a vyšle do zkoušeného materiálu mechanické kmity. Jde o ultrazvuk. Ultrazvukový impuls se šíří prostředím a odráží se od jeho nehomogenit (např. od necelistvostí). Část ultrazvukového paprsku se odráží a dopadne v příslušné době zpět na piezoelektrický snímač a vybudí na něm elektrické napětí. To se po zpracování v zesilovači zobrazí vertikálním vychýlením časové základny na stínítku obrazovky. Vertikální výchylky časové základny jsou se nazývají echa (ozvěny). Časová vzdálenost echa od vysílacího impulsu je přímo úměrná vzdálenosti odrazové plochy od měniče, jeho amplituda (výška) je v určitém rozsahu hodnot závislá na rozměrech odrazové plochy. Na stínítku obrazovky se objeví kromě echa možné přítomné vady taky echo vstupu a výstupu ze zkoušeného materiálu.

3.2. Způsoby zobrazení

Signály získané odrazem nebo průchodem ultrazvukových impulsů lze vyhodnocovat několika způsoby. V ultrazvukové defektoskopii se rozlišují tři druhy zobrazení, a to A, B a C.

Zobrazení A

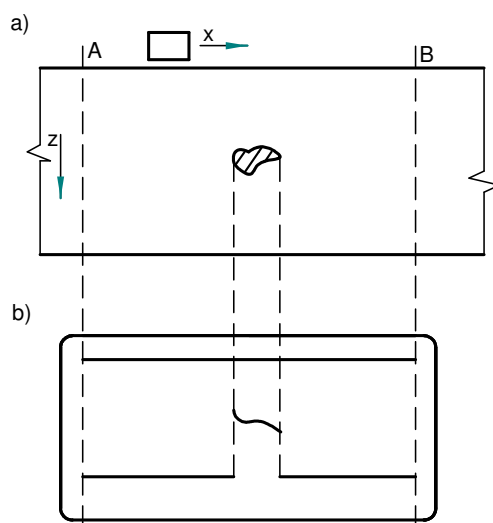
V zobrazení A je pouze jedna délková souřadnice. Na jedné časové ose – obvykle vodorovné – se odečítá doba průchodu impulsu a na ose k ní kolmé – svislé – je vidět výška přijímaných signálů (obr. 4). Pro zobrazení impulsů poslouží stínítko obrazovky. Na horizontální vychylovací systém obrazovky se přivádí časová základna, zatímco systém vertikální je připojen na výstup zesilovače. Při zobrazení A je časová základna často cejchována v délkových jednotkách. Výška impulsu, která je druhým parametrem zobrazení, odpovídá velikosti akustického tlaku přijímaného měničem v sondě. Přijímané signály se zobrazují ve tvaru impulsů.



Obr. 4 Ultrazvukový způsob zobrazení A.

Zobrazení B

Zobrazení B je plošné zobrazení určité části zkoumaného předmětu. Při zobrazení B jsou obě souřadnice délkové, přičemž první z nich (z), obvykle vertikální, udává hloubku vady a druhá její projekci na povrch předmětu (souřadnice x nebo y). Ultrazvuková sonda se pohybuje po povrchu předmětu z místa A do místa B např. ve směru x (obr. 5). Poloha sondy se elektricky přenáší na horizontální vychylovací destičky obrazovky. Obrazovka má buď stínítko s doznívajícím luminiforem a sonda se opakovaně pohybuje mezi místy A a B a zpět, nebo se používá obrazovka s pamětí.

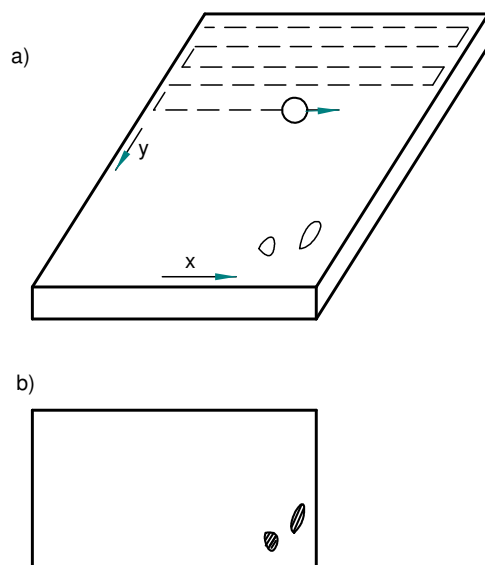


Obr. 5 Zobrazení B.

- a) pohyb ultrazvukové sondy
- b) zobrazení na stínítku

Zobrazení C

V zobrazení C se zaznamenávají vady v plošné projekci na povrch předmětu v souřadnicích x , y , v nichž se pohybuje i ultrazvuková sonda např. meandrovitě (obr. 6). zaznamenává se plošné rozložení vad a to opět na stínítku nebo častěji na souřadnicovém zapisovači. Ten může být analogový nebo číslicový.



Obr. 6 Zobrazení C.

a) pohyb ultrazvukové sondy

b) plošné zobrazení vad

Pozn. V našem případě byla využita pouze metoda A. K použití metody B a C nedošlo, kvůli nedostupnosti techniky.

3.3. Základní pojmy a vztahy

Harmonické kmitání

Základní periodický (opakující se jev) děj je harmonický pohyb.

$$y = A \sin (\omega t + \varphi), \quad (1)$$

kde A je amplituda výchylky

ω – úhlová rychlost, $\omega = 2\pi f, f = 1/T$

t – čas

φ – fázový úhel

T – perioda (doba kmitu)

λ – délka vlny

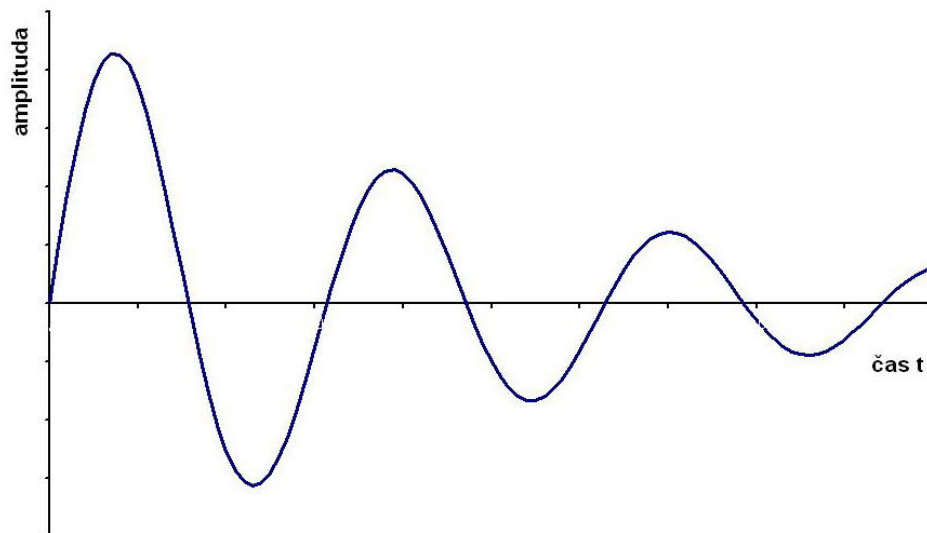
$\lambda = cT = c/f,$

c – rychlost šíření vln

f – frekvence

Kmity mohou být tlumené nebo netlumené. U tlumených (obr. 7) se amplituda zmenšuje v závislosti na čase. Je to způsobeno tím, že kmitající soustava ztrácí energii. Ztráta

energie může být způsobena přeměnou mechanické energie na tepelnou. Velký vliv má také rozptyl, odraz, lom a ohyb. Tlumení kmitů má v defektoskopii dvojí význam. Ovlivňuje vlastnosti ultrazvukového paprsku (má vliv na konstrukci sondy) a ovlivňuje průběh a vyhodnocení zkoušky.



Obr. 7 Tlumené kmity.

Interference

Zatíží-li se soustava hmotných bodů dvojicí periodických sil o frekvenci f_1 a f_2 a odpovídajících úhlových frekvencí ω_1 a ω_2 , je za předpokladu shodné velikosti amplitud obou kmitů výsledný pohyb roven okamžitému součtu příslušných výchylek:

$$y = A \sin \omega_1 t + A \sin \omega_2 t = A(\sin \omega_1 t + \sin \omega_2 t),$$

po úpravě:

$$y = 2A \cdot \sin\left(\frac{\omega_1 + \omega_2}{2} \cdot t\right) \cdot \cos\left(\frac{\omega_1 - \omega_2}{2} \cdot t\right) \quad (2)$$

$(\omega_1 + \omega_2)/2$ a $(\omega_1 - \omega_2)/2$, představují nové interferenční frekvence, které takto zatížená soustava obsahuje. Tento jev se nazývá interference.

Rezonance

Zatíží-li se soustava hmotných bodů, která je schopna kmitat svou vlastní frekvencí budícími kmity o stejné frekvenci, pak tato budící soustava s budící silou rezonuje.

Druhy ultrazvukových vln

Vln šířících se prostředím je několik druhů, odlišují se pohybem částic prostředí vzhledem ke směru jejich šíření. Máme několik typů vln:

1. *vlny podélné* – částice prostředí kmitají rovnoběžně se směrem šíření vln
2. *vlny příčné* -- částice prostředí kmitají kolmo na směr šíření vlny a to pouze v jednom směru, v rovině kolmé na směr šíření (vlny jsou polarizované)
3. *vlny povrchové (Rayleighovy)* – kmity prostředí jsou složeny ze dvou vektorů, přičemž vektor kolmý k povrchu má mnohem větší velikost než vektor rovnoběžný s tímto směrem.
4. *Vlny deskové*
 - a) asymetrické – částice prostředí kmitají na neutrální ose příčně a na povrchu po elipse
 - b) symetrické – částice prostředí kmitají na neutrální ose podélně a na povrchu po elipse
5. *Loveovy vlny* – částice prostředí kmitají jen příčně a to v rovině rovnoběžné s povrchem

Šíření ultrazvukové vlny prostředím

Prostředí omezuje možný průchod některého druhu vln a ovlivňuje i rychlost průchodu vln.

V pevných látkách se mohou šířit všechny druhy vln. Rychlosti lze vyjádřit:

u podélných vln

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad (3)$$

u příčných vln

$$c_T = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1}{2 \cdot (1+\mu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (4)$$

u povrchových vln

$$c_R = \frac{0,87 + 1,12\mu}{1 + \mu} \cdot c_T \quad (5)$$

V kapalinách, které nekladou žádný odpor smykovému namáhání, se šíří jen podélné vlny .

$$c_L = \sqrt{\frac{K}{\rho}} \quad (6)$$

V ideálním plynném prostředí je rychlost:

$$c_L = \sqrt{\frac{\chi p}{\rho}} \quad (7)$$

Kde E je modul pružnosti v tahu (Pa)

G – modul pružnosti ve smyku (Pa)

ρ – hustota (kg.m^{-3})

μ – poissonovo číslo

K – adiabatický modul objemové pevnosti (Pa)

p – tlak (Pa)

χ – poměr měrných tepelných kapacit c_p/c_v

Odraz ultrazvukových vln na rozhraní dvou prostředí

Když prochází vlna prostředím je postupně zeslabována až z něj úplně zmizí. Při dopadu vlny na rozhraní dvou prostředí, kolmých na směr šíření, se vlna zčásti odrazí zpět a zčásti přejde do prostředí druhého (obr. 8a).

Poměr amplitud akustického tlaku dopadající a odražené vlny je dán činitelem odrazu:

$$R = \frac{P_1}{P} = \frac{1-m}{1+m} \quad (8)$$

Část vlny, která projde do prostředí druhého je dána činitelem průchodu:

$$D = \frac{P_2}{P} = 1 + R = \frac{2}{1+m} \quad (9)$$

kde m je poměr akustického odporu prostředí 1 a 2, $m = \rho_1 c_1 / \rho_2 c_2$

$\rho_1 c_1$ - akustický odpor prostředí 1

$\rho_2 c_2$ - akustický odpor prostředí 2

P, P_1, P_2 - amplitudy akustického tlaku dopadající, odražené a procházející vlny

Lom ultrazvukových vln

Jestli-že vlna dopadá na rozhraní dvou prostředí jinak než kolmo, pak dochází u této vlny nejen k odrazu, ale i k lomu. Také dochází k transformaci vlny. Úhly odražených a lomených vln pak závisejí nejen na úhlu dopadu, ale i na indexu lomu (poměr rychlostí šíření vln v obou prostředích),(obr. 8b). Tyto úhly vyjadřuje Snellův zákon:

$$\frac{\sin \alpha}{c_{L1}} = \frac{\sin \beta}{c_{T2}} = \frac{\sin \gamma}{c_{T1}} = \frac{\sin \delta}{c_{L2}}, \quad (10)$$

kde α je úhel dopadu podélné vlny v prostředí 1

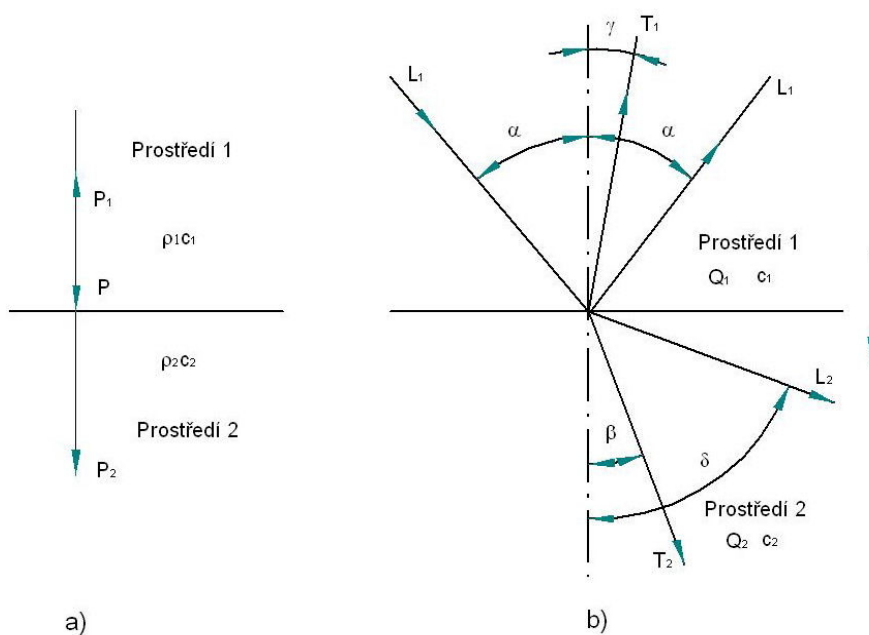
β – úhel příčné vlny v prostředí 2

γ – úhel příčné vlny v prostředí 1

δ – úhel podélné vlny v prostředí 2

c_{L1}, c_{L2} – rychlosti podélných vln v prostředí 1 a 2

c_{T1}, c_{T2} – rychlosti příčných vln v prostředí 1 a 2



Obr. 8

a) Kolmý dopad vln na rozhraní dvou prostředí.

b) Šikmý dopad vln na rozhraní dvou prostředí.

Akustický tlak

Jestli-že prochází ultrazvuková vlna prostředím, vzniká v něm akustický tlak:

$$p = zv \text{ (Pa)}, \quad (11)$$

kde z je akustická impedance

v -- akustická rychlost

nebo

$$p = \omega A \rho c \cos \omega \left(t - \frac{x}{c} \right) \text{ (Pa)} \quad (12)$$

kde P je amplituda akustického tlaku (Pa), $P = \omega A \rho c$

A -- amplituda akustické rychlosti (m.s^{-1})

Velikost efektivního tlaku a efektivní akustické rychlosti:

$$p_{ef} = \frac{P}{\sqrt{2}} \quad \text{a} \quad v_{ef} = \frac{A}{\sqrt{2}} \quad (13)$$

Intenzita ultrazvukové vlny

Je to výkon, procházející jednotkou plochy. Je úměrný druhé mocnině akustického tlaku.

$$I = p_{ef} \cdot v_{ef} = \frac{1}{2} P V = \frac{1}{2} \frac{p^2}{\rho c}, \quad (14)$$

kde P je amplituda akustického tlaku (Pa)

A -- amplituda akustické rychlosti (m.s^{-1})

Výkon ultrazvukové vlny

Je to intenzita násobená jednotkou plochy

$$N = IS = \frac{1}{2} p_{ef} v_{ef} S \text{ (W)}, \quad (15)$$

kde S je velikost plochy

Kritické úhly

Jestli-že se při šikmém dopadu podélné vlny na hranici dvou prostředí nechá zvětšujícím se úhlem vymizet v druhém prostředí podélná vlna, je úhel mezi podélnou vlnou a normálou kritický.

$$\sin \alpha_1 = \frac{c_{L1}}{c_{L2}} \quad (16)$$

Při tomto úhlu zůstává v prostředí příčná vlna. Jestli-že se zvětšujícím úhlem dopadu nechá vymizet v druhém prostředí příčná vlna, pak se jedná o druhý kritický úhel.

$$\sin \alpha_2 = \frac{c_{L1}}{c_{T2}} \quad (17)$$

Jestli-že budeme úhel dále zvětšovat, objeví se nám v druhém prostředí vlna povrchová. Jedná se o třetí kritický úhel

$$\sin \alpha_3 = \frac{c_{L1}}{c_{R2}}, \quad (18)$$

kde c_{R2} je rychlost povrchové vlny prostředí 2

Pozn. Při překročení třetího kritického úhlu zůstává veškerá energie v prvním prostředí (jde o totální odraz).

3.4. Ultrazvukové sondy

Ultrazvukové sondy slouží k přeměně elektrické energie na energii mechanickou a naopak. Umožňují zavádět akustickou energii do zkoušeného materiálu a naopak energii dopadající na sondu kvantitativně vyhodnotit.

Máme tři typy sond a to sondu přímou (obr. 10), přímou dvojsondu (obr. 11) a úhlovou sondu (obr. 12). Zapojení sondy s jedním měničem je na (obr. 9). U dvojsond je jeden měnič (vysílací) připojen ke generátoru a druhý (přijímací) k zesilovači. Dvojsondy jsou určeny především ke zjišťování vad v malých hloubkách, ve kterých mají sondy s jedním měničem tak zvané mrtvé pásmo, způsobené vysílací impulsem. Přímé sondy vysílají do materiálu podélné vlny ve směru normály k povrchu. Úhlové sondy vysílají příčné vlny pod úhlem k normále od 35° do 90°.

Každá sonda je vybavena měničem. Druhy měničů jsou dva a to: piezoelektrický nebo magnetostrikční. Měniče mohou mít tři základní tvary a to: kruhový, půlkruhový nebo pravoúhelníkový.

Magnetostrikční měniče jsou z magneticky měkkých materiálů (permalloy, permendur apod.). Piezoelektrické měniče se vyrábějí z látek s přirozenými piezoelektrickými vlastnostmi (křemen, turmalín apod.), z umělých krystalů (niobát olova) nebo z umělých polykrystalických feroelektrik (zirkonát).

Blízké pole sond

Je to vzdálenost posledního maxima akustického tlaku na ose měřená od měniče.

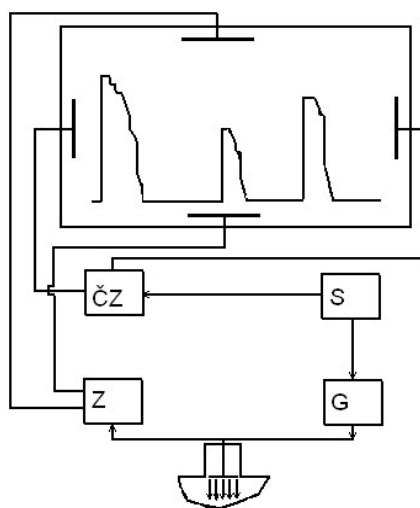
$$l_0 = \frac{D^2 - \lambda^2}{4\lambda} \approx \frac{D^2}{4\lambda}, \quad (19)$$

kde l_0 je délka blízkého pole

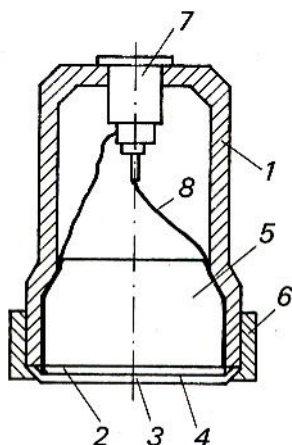
D – průměr měniče

λ – délka vlny

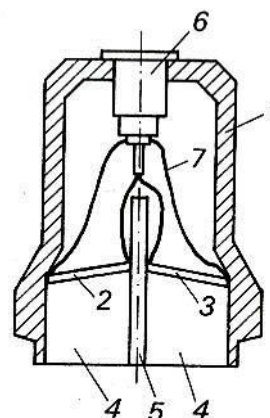
Pozn. Vzorec je pro kruhový tvar měniče.



Obr. 9 Zapojení sondy s jedním měničem.



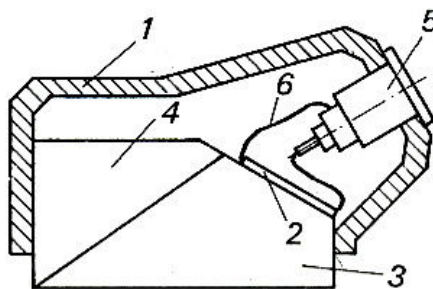
Obr. 10 Konstrukce přímé sondy.



Obr. 11 Konstrukce dvojité sondy.

1. vnější kryt sondy
2. elektroakustický měnič
3. ochranná fólie měniče
4. olej
5. tlumící těleso
6. matice
7. konektor
8. vodiče

1. vnější kryt sondy
2. měnič vysílače
3. měnič přijímače
4. předsádková tělesa
5. izolační dělič
6. dvojitý konektor
7. vodiče



Obr. 12 Konstrukce úhlové sondy.

1. vnější kryt sondy
2. elektroakustický měnič
3. předsádkové těleso
4. tlumící těleso podélných vln
5. konektor
6. vodiče

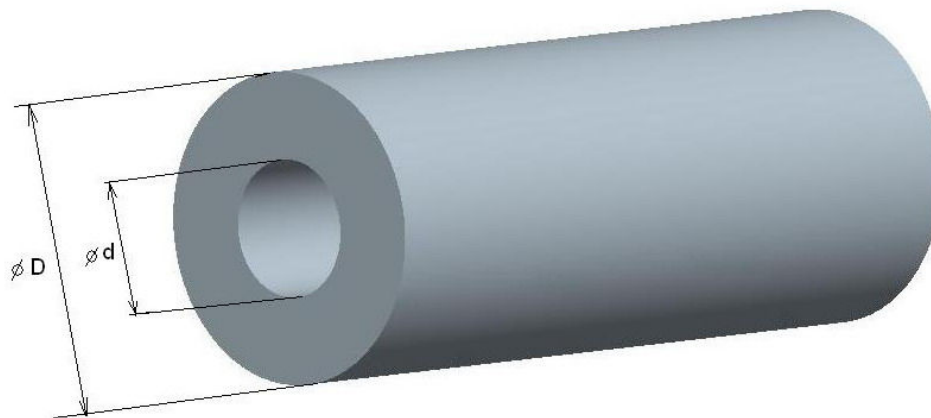
4. VADY KATOD A JEJICH ZJIŠŤOVÁNÍ

4.1. Katody

Katody pro PVD povlakování mohou být ploché, ve tvaru desek nebo malých kruhů, a nebo také rotační válcové. U plochých katod může při použití dojít k erozi a dřívějšímu opotřebení vlivem silného magnetického pole, proto je velice výhodné použít katody rotační válcové. Jejich účinná plocha je v podstatě π krát větší a díky rotaci nedochází ke statické erozi. Rotační katody se vyrábějí odléváním nebo tvářením. Materiál katod samozřejmě závisí na typu povlaku, který chceme nanést. Většinou se jedná o nitrid nebo karbid titanu TiN a TiC, ale může to být i AlSi, Al₂O₃ a další. Moderní, vysoce kvalitní povlaky, které se dnes používají jsou např. TiAlSiN. Naše měření se týká katod z AlSi slitin.

4.1.1. Popis válcových rotačních katod

Válcová katoda vypadá jako tlustostěnná trubka (obr. 13). Z povrchu se nízkonapěťovým obloukem odpařují atomy kovu. V otvoru cirkuluje chladicí kapalina.



Obr. 13 Válcová rotační katoda

4.1.2. Slitiny AlSi

Struktura a vlastnosti AlSi slitin jsou v první řadě závislé na obsahu křemíku. Slitiny mohou být podeutektické, eutektické a nadeutektické. U podeutektických slitin je obsah křemíku menší než 11%, u eutektických slitin se pohybuje v rozmezí 11 - 13 % a u nadeutektických slitin je obsah křemíku vyšší než 13 % (obr. 14).

U podeutektických slitin začíná krystalizace tuhým roztokem hliníku α a končí eutektikem. Množství tuhého roztoku a eutektika je dáno obsahem křemíku ve slitině. Obsah křemíku také ovlivňuje teplotu likvidu. Např. u 5% množství Si je teplota likvidu 627°C a u 10% 594°C. Také je nutno zmínit, že s rostoucím obsahem Si ve slitině roste podíl eutektika.

U eutektických slitin vzniká při krystalizaci více než 95% eutektika

U nadeutektických slitin je struktura tvořena primárními krystaly β fáze a eutektikem. množství primárních krystalů je opět dáno obsahem Si ve slitině. Např. při 15% Si je ve struktuře 2,8% prim. krystalů a teplota likvidu je 610°C, a u 25% obsahu Si je podíl prim krystalů 14,3% a teplota likvidu 746°C.

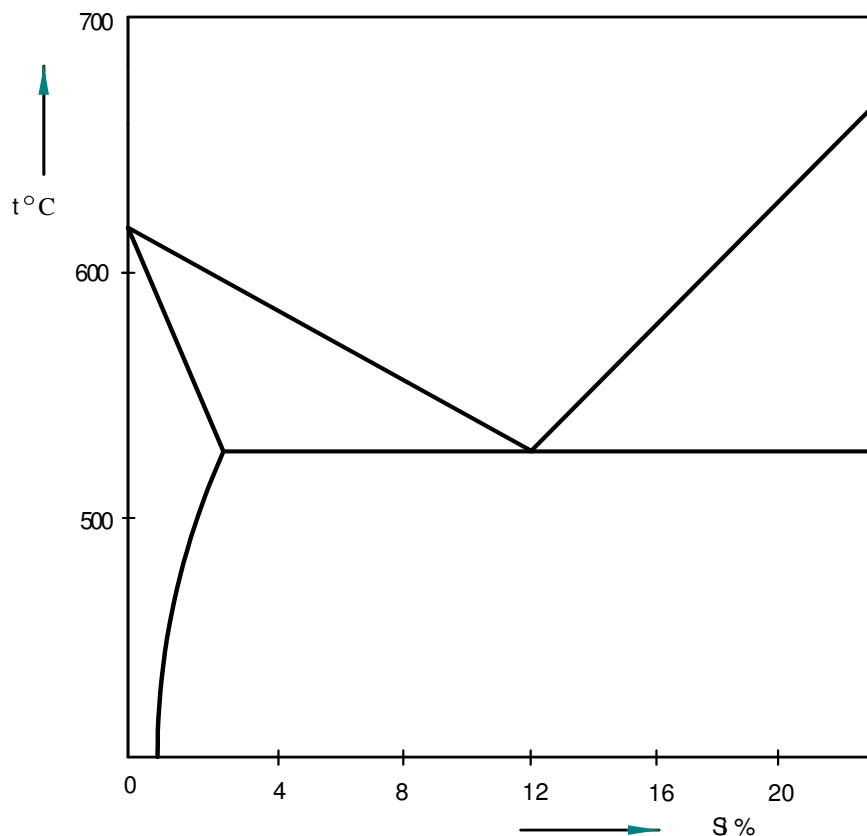
Krystalizaci AlSi slitin lze ovlivnit. Můžeme tím např. zlepšovat mechanické vlastnosti. Ovlivňování vychází především z chemického složení a také z rychlosti ochlazování. Rychlost ochlazování má veliký vliv na gradaci. Čím je rychlost ochlazování vyšší, tím je struktura jemnější.

U podeutektických slitin ovlivňuje vlastnost hlavně očkovaním, což je proces vnášení krystalizačních zárodků vhodných pro krystalizaci tuhého roztoku hliníku. Nejúčinnější zárodky jsou např. TiAl_3 nebo TiB_2 . dále můžeme vlastnosti měnit modifikací, což je ovlivnění průběhu krystalizace křemíku. Slouží pro zjemnění eutektika. proces modifikace spočívá v tom, že se přísadou vhodných prvků (sodík, vápník, barium) blokuje účinnost zárodků fosfidu hliníku. Díky tomu je křemík schopen krystalovat v silně nerovnovážných podmínkách.

U eutektických slitin se ovlivňují vlastnosti (krystalizace) modifikací. Příklad modifikačního prvku (např. sodíku) způsobí vznik ternárního eutektika s nižší teplotou tuhnutí a vyšším obsahem křemíku.

U nadeutektických slitin je struktura tvořena eutektikem a primárním křemíkem. Kvůli vlastnostem křemíku je tato slitina bez očkování prim. křemíku prakticky nepoužitelná. Očkujeme např. fosforem, což ovlivňuje velikost prim. křemíku a také tuhnutí křemíku eutektického.

Dále se ovlivňují vlastnosti AlSi slitin přísadovými prvky, např. mědí, hořčíkem, niklem.



Obr. 14 Rovnovážný diagram AlSi.

V našem případě je slitina AlSi eutektická s následujícím chemickým složením:

U tažené katody:

Al-88,59%, Si-11,3%, Fe-0,043%, Mn-0,006%, Ni-0,001%, Pb-0,002%, Cu-0,046%, Mg-0,001%, Zn-0,007%, Ti-0,005%, Cr-0,001%,

Kromě prvků Al a Si jsou všechny ostatní prvky obsaženy ve stopovém množství.

U lité katody:

Al-88,39%, Si-11,563%, Fe-0,022%, Mn-0,001%, Ni-0,006%, Pb-0,003%, Sn-0,006%
V-0,001%

Chemické složení patří lité katodě AlSi12 z roku 2003. Jako u tažených katod jsou všechny prvky kromě Al a Si obsaženy ve stopovém množství.

Je předpoklad, že jiné katody budou mít nepatrně jiný procentuální obsah jednotlivých prvků.

4.2. Typy vad obecně

Rovinné vady dělíme na - podélné

- příčné

- válcové plochy rovnoběžné s povrchem trubky

Objemové vady mohou být například vzduchové mezery (bubliny), vměstky. Jde o prostředí, které má výrazně odlišnou velikost akustické impedance Z než matrice zkoumaného objektu.

$$Z = c \cdot \rho \text{ MPa/s,} \quad (20)$$

kde c je rychlost zvuku (m/s)

ρ -- měrná hmotnost v (kg/m³)

Rozhraní mezi matricí a vadou tvoří skokový přechod materiálových vlastností. Podíl odražené energie na rozhraní materiálu je dán koeficientem odrazu R .

$$R = \frac{(Z_v - Z_m)}{(Z_v + Z_m)}, \quad (21)$$

kde Z je akustická impedance na rozhraní materiálů.

Akustický tlak p ultrazvukových vln klesá se vzdáleností l od měniče vlivem útlumu a roste s použitým kmitočtem f ultrazvuku a velikostí zrna D materiálu

$$\Upsilon = a_p \cdot f + a_r \cdot f^4 \text{ dB/mm,} \quad (22)$$

kde Υ je činitel útlumu

a_p – součinitel ztrát pohlcováním

a_r – součinitel ztrát rozptylem

pzn. Tento vzorec pro útlum platí pro mnohem větší délku vlny než je velikost zrna.

Součinitel ztrát rozptylem se vypočítá:

$$a_r = k \cdot \bar{D}^3, \quad (23)$$

kde \bar{D} je střední velikost zrna

k – činitel anizotropie

pozn. Činitel útlumu se běžně značí α . Protože je tento symbol v této práci již použit, označil jsem činitel útlumu jako Υ .

Podle velikosti Υ klesá se vzdáleností od měniče velikost přijaté akustické energie od stejně veliké vady. Čím dále se vada od měniče nachází, tím je vadové echo menší.

4.2.1. Konkrétní typy vad důležité pro povlakování

Dutiny, lunkry a vměstky: Ty mohou mít za následek spoustu nepříjemností. Např. trhlina, která probíhá v celém průřezu katody může zhoršit kvalitu vakua v povlakovací peci vlivem pronikání chladicí kapaliny. Další negativní efekt má rozevření dutiny při povlakování. To má za následek ovlivnění reakční atmosféry a nežádoucí ovlivnění chemického složení výsledné vrstvy. Dále může mít přítomnost dutiny vliv na životnost katody, protože oblouk přednostně vyžírá dutiny.

Dvoufázová slitina: Vyskytuje se u eutektických odlévaných AlSi slitinách

Nehomogenita složení v průřezu: Např. při nedostatku Si může dojít k hexagonální konverzi AlTiN povlaku. Dále ovlivňuje složení vrstvy na nástrojích, které jsou umístěné v různých patrech, nerovnoměrnost po výšce.

4.3. Metody diagnostiky vad AlSi válců

V našem případě používáme metodu diagnostiky pro silnostěnné trubky. Katoda se prozvučuje ultrazvukem. Množství akustické energie odražené od povrchu vady se projeví jako vadové echo. Pokud je vada kolmá na směr šíření vln, odrazem zjistíme její velikost. Ovšem jestliže je vada šikmá, odražená vlna se vychýlí mimo měnič sondy a nelze získat vadové echo. Proto se pro získání spolehlivé představy o vnitřních vadách prozvučuje ultrazvukem z různých úhlů a používá se různých typů sond.

4.3.1. Podélné vady

Trubka má rozměry D (vnější průměr) a d (vnitřní průměr). Kontrola probíhá přímou sondou vyzařující kolmo a současně mimoběžně o úsek x k ose trubky (obr. 15). Kontrola příčnou vlnou. Imerzní vazba přes vodní sloupec s . Vzorce 24, 25, 26 slouží k nastavení polohy sondy.

Mimoběžnost osy sondy vůči ose trubky

$$x = \frac{D}{2} \cdot 1490 \cdot \frac{\sin \beta_T}{c_T} \quad \text{mm} \quad (24)$$

Pozn.: rychlost šíření zvuku ve vodě je 1490 ms^{-1}

$$\sin \beta_T = \frac{(D-d)}{2} \quad (25)$$

Minimální délka vodního sloupce

$$s \geq (D^2 - d^2)^{1/2} \cdot \frac{1490}{c_T} \quad \text{mm}, \quad (26)$$

kde β_T je úhel příčné vlny

c_T – příčná rychlost (m s^{-1})

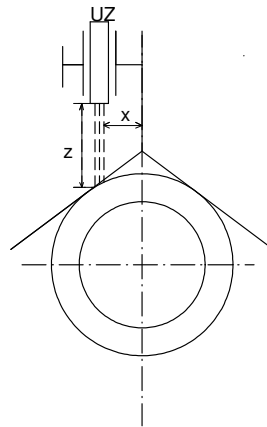
pozn. pro kontrolu podélnými vlnami se používá stejných vzorců jen se mění β_T a c_T na β_L

a c_L .

a)



b)



Obr. 15.

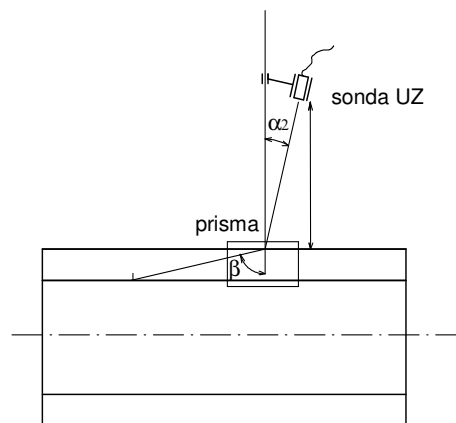
- a) Fotografie z měření přímou sondou vyzařující kolmo a současně mimoběžně o úsek x k ose trubky.
b) Schéma tohoto měření

4.3.2. Příčné vady

Kontrola probíhá úhlovou sondou s vyzařováním pod ostrým úhlem 90° k ose trubky. Jestli není možné nastavit polohu sondy, můžeme použít imerzní sondu pro podélné vady (obr. 16).

$$\sin \Upsilon_x = \sin \Upsilon_{ocel} \cdot \frac{c_{Tx}}{c_{Tocel}} \quad \alpha > 60^\circ \quad (27)$$

Tečný čárový kontakt plochého čela sondy je vhodné zlepšit jejím vedením nebo předsádkou tvarovanou na D válce.



Obr. 16 kontrola přímou sondou skloněnou o úhel α_2 .

Pozn.: Čím větší je velikost úhlu β , tím je širší pole působnosti ultrazvukového svazku.

4.3.3. Válcové vady.

Kontrola probíhá podélnými vlnami přímou sondou umístěnou kolmo na osu trubky a válcový povrch. Osa trubky a sondy se protínají. Vazba je kontaktní s vedením sondy v prizmatu, nebo imerzní se sloupcem vody s .

$$s \geq 1490 \cdot \frac{(D-d)}{(2 \cdot c_{Lx})} \text{ mm} \quad (28)$$

4.3.4. Objemové vady.

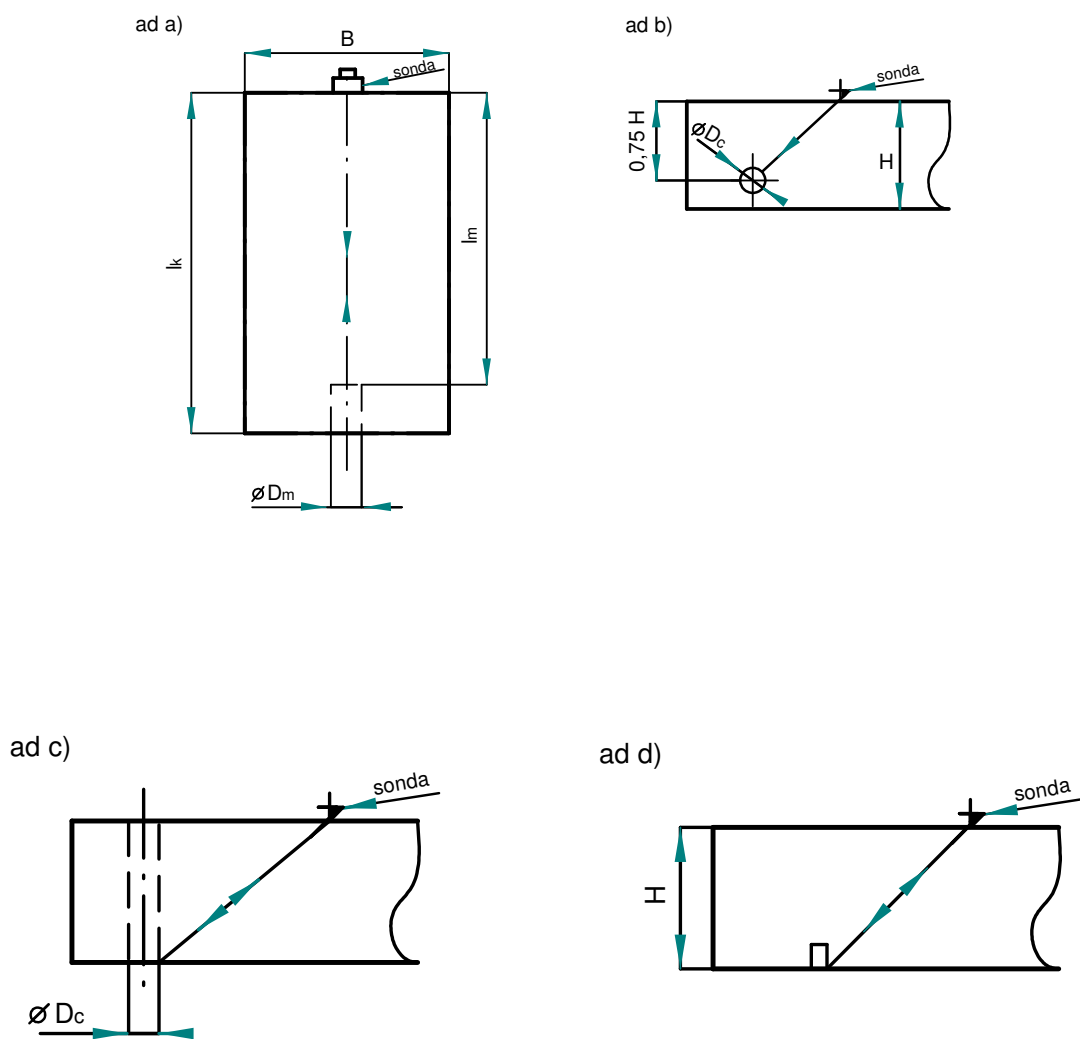
Kontrolní situace je stejná jako v případě válcových vad.

4.4. Náhradní vady

Určování náhradní velikosti vady má dvě metody – pomocí srovnávacích měrek (obr. 17) a vyhodnocovacího diagramu (obr. 18).

4.4.1. Metoda srovnávacích měrek

U srovnávacích měrek dochází k prozvučování ultrazvukem a následnému vyhodnocení velikosti echa. Velikost echa získaného u prozvučování reálného materiálu se porovná s velikostí echa určeného na měrce. Jestliže se echa shodují, nebo jsou si hodně podobná je i velikost vady přibližně stejná.



Obr. 17 Typy srovnávacích měrek.

- a) ploché dno kruhového vývrtu
- b) válcová plocha vývrtu
- c) kolmý vývrt
- d) vruby řezného typu

šířka tělesa měrky:

$$B \geq \frac{D_{ef} \cdot l_m}{2 \cdot l_0}, \quad (29)$$

kde l_m je vzdálenost umělé vady

D_{ef} - efektivní průměr měniče

Pozn. Šířka musí být taková, aby se rušivě neprojevoval vliv bočních stěn, minimálně však 50 mm.

Všechny typy srovnávacích měrek jsou normovány. V Evropě se většinou jako náhradní vada používá kruhový vývrt s plochým dnem. V našem případě (tj. kontrola rotačních katod) není možno vývrt s plochým dnem vyrobit, proto se jako náhradní vadu používá řada kolmých vývrtů do čela trubky. Na velikost vad existuje přepočtová tabulka, protože ultrazvukové vlny se jinak odrážejí od válcové plochy než od plochy rovinné. Např. od vývrtu s plochým dnem se při kolmém dopadu vln odrazí daleko víc vln zpátky do měniče než při dopadu vln na válcovou plochu.

D_Qpříčný válcový vývrt

D_Pčelní plochý kruhový vývrt

$$D_Q = 4,935 \times D_P^4 / (\lambda^2 \times s)$$

λ vlnová délka

S ...vzdálenost od čela měniče sondy D_{ef}

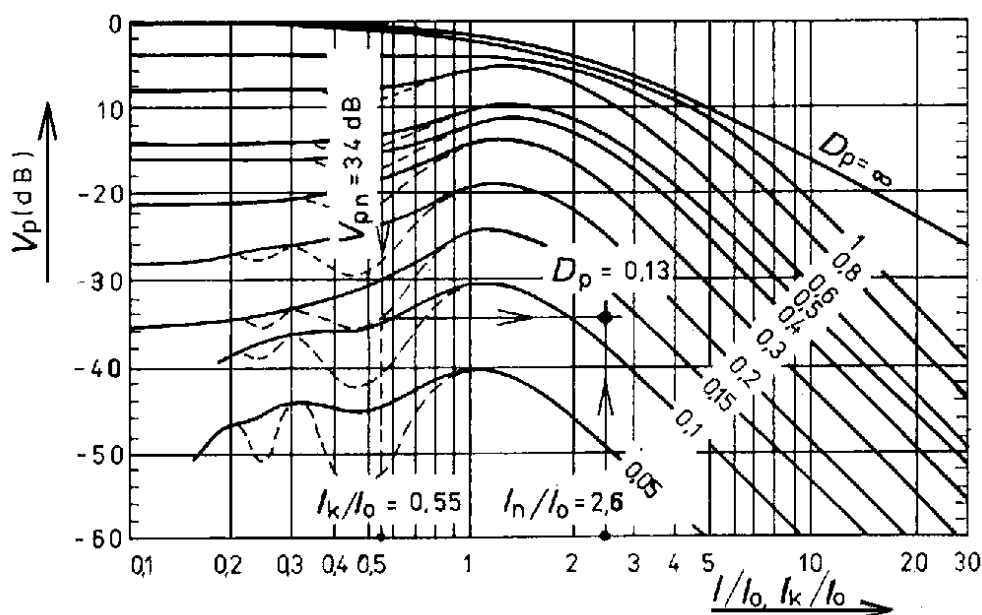
Příklad pro přímou sondu 2MHz, D_{ef} 10mm.

Tab 1. hodnoty D_Q

D_P mm	1	1,5	2	3	4	6	10
$S=10$	0,06	0,32	1	5	16	81,5	629
$S=20$	0,03	0,16	0,5	2,5	8	40,8	316
$S=50$	0,01	0,064	0,2	1	3,2	16,5	126
$S=100$	0,006	0,032	0,1	0,51	1,6	8,15	63
$S=200$		0,016	0,05	0,25	0,8	4,1	31,6
$S=500$			0,02	0,1	0,32	1,65	12,6
$S=800$				0,05	0,16	0,82	6,3

4.4.2. Metoda vyhodnocovacího diagramu

Slouží ke stanovení náhradní velikosti vady, ležící ve větší vzdálenosti, než je vzdálenost blízkého pole l_0 . Tato náhradní velikost vady D_n se stanoví na základě zjištěných údajů v poloměru l_0 k efektivnímu průměru měniče D_{ef} .



Obr. 18 Vyhodnocovací diagram. Stanovení náhradní velikosti vady.

Způsob stanovení

1. Podle tloušťky zkoušeného materiálu se stanoví potřebný rozsah přístroje.
2. Zvýšenou citlivostí se najde vada.
3. Najde se maximální výška echa od vady a odečte se hloubka vady l_n .
4. Nastaví se výška vadového echa na určitou hodnotu a zaznamená se údaj attenuátoru $V_n(\text{dB})$.
5. Změří se útlum Υ zkoušeného materiálu.
6. Sonda se přemístí na kontrolní měрку K1 na plochu, attenuátorem se sníží výška prvního koncového echa l_k na tutéž hodnotu a údaj attenuátoru V_{ko} se zaznamená.
7. Vypočte se :

$$L_{pk} = \frac{l_k}{l_0}, \quad L_{pn} = \frac{l_n}{l_0} \quad (33)$$

$$V_{pn} = (V_n - V_{ko}) - \Delta V_{\Upsilon} \quad (34)$$

$$D_p = \frac{D_n}{D_{ef}} \quad (35)$$

8. Z obecného vyhodnocovacího diagramu se zjistí hodnota D_p , kdy hledaný bod na stupnici D_p leží v průsečíku vertikály L_{pn} a horizontály vedené bokem ležícím na vertikále L_{pk} po odečtení hodnoty V_{pn} od křivky koncového echa.
9. Vypočte se velikost náhradní vady viz (35).

5. PRAKTICKÁ ČÁST

5.1. Důležité faktory UZ diagnostiky

5.1.1. Rychlost zvuku

Jedním z nejdůležitějších aspektů ultrazvukové diagnostiky je rychlost zvuku. Údaje zkušebních postupů pro ocelové a jiné výrobky nelze na zkoušení Al přenášet. Prvním krokem před přizpůsobením obecných praktik pro řešení diagnostiky válců je změření základních akustických vlastností Al Si slitiny válců.

Každý materiál má jinou rychlost zvuku (např. mosazí se podélná rychlost zvuku šíří rychlostí 3830 m s^{-1} a příčná 2123 m s^{-1} , v mědi podélná 4700 m s^{-1} a příčná 2260 m s^{-1} atd.). Hliníkem se zvuk šíří velice rychle. Měření proběhlo na lité i tažené katodě.

Použitá technika:

Defektoskop z ČR firmy STARMANS DIO 562, přímá sonda pro podélné vlnění. Měřeno při 2 MHz přímou sondou prozvučením celé délky válce. Délka litého válce je 228 mm. Přístroj je seřízený na ocel o rychlosti $c_{Lo} = 5921 \text{ m/s}$.

Rychlost zvuku v lité katodě

$$L_u = L_{k2} - L_{k1} = 398,1 - 194,1 = 204 \text{ mm} \quad (36)$$

$$c_{L(AlSi)} = c_{L(ocel)} \cdot \frac{L}{L_u} = 5921 \cdot \frac{228}{204} = 6617,6 \text{ m/s} \quad (37)$$

kde: L_{k1} - délka prvního koncového echa

L_{k2} - délka druhého koncového echa

L_u - naměřená délka

L - skutečná délka

$c_{L(AlSi)}$ - rychlost zvuku v AlSi slitině

Rychlost zvuku v tažené katodě

$$L_u = L_{k2} - L_{k1} = 348,7 - 169,2 = 179,6 \text{ mm}$$

$$c_{L(AlSi)} = c_{L(ocel)} \cdot \frac{L}{L_u} = 5921 \cdot \frac{200}{179,6} = 6594,3 \text{ m/s}$$

Druhé měření: $L_u = 179,55 \text{ mm}$

$$c_{L(AlSi)} = 6595,4 \text{ m/s}$$

Střední hodnota: $c_L = \frac{6594,3 + 6595,4}{2} = 6594,8 \text{ m/s.}$

U lité katody vyšla rychlost nepatrně vyšší než u katody tažené. Způsobeno to může být rozdílností struktury obou materiálů (zrnitostí, homogenitou atd.) a také nepatrně odlišným chemickým složením.

5.1.2. Blízké pole sond l_o .

Blízké pole je vzdálenost posledního maxima akustického tlaku na ose měřená od měniče. Obecně v blízkém poli se akustická vlna šíří válcovými vlnoplochami. Ve vzdáleném poli se rozšiřují - kužel. Útlum je vhodnější měřit na rozhraní blízkého a vzdáleného pole.

Použity byly sondy o průměru měniče $D = 13\text{mm}$ a) $f = 2,25\text{MHz}$ a b) $f = 5\text{MHz}$ přímé jednoduché.

Blízké pole l_o sond v AlSi:

$$l_o = \frac{D^2}{\left(4 \cdot \frac{c}{f}\right)} = \text{a) } 14,4 \text{ mm} \rightarrow 3l_o = 43,2 \text{ mm}$$

$$\text{b) } 32,0 \text{ mm.} \rightarrow 3l_o = 96 \text{ mm}$$

Těleso pro standardní měření útlumu nesmí být silnější jak $3l_o$ a slabší jak l_o , má být širší jak $2D$, aby se nemusela dělat korekce na rozptyl.

5.2. Detekce vad u odstředivě litých katod

Kontrola proběhla přímou jednoduchou sondou vyzařující kolmo a současně mimoběžně o úsek x k ose trubky. To má výhodu v tom, že při nálezů vady se na obrazovce objeví pouze vadové echo. Vstupní a koncové echo se neobjeví. Kontrola proběhla podélnou vlnou, imerzní vazbou přes vodní sloupec. Náhradní vady tvořily kolmé vývrty do čela trubky.

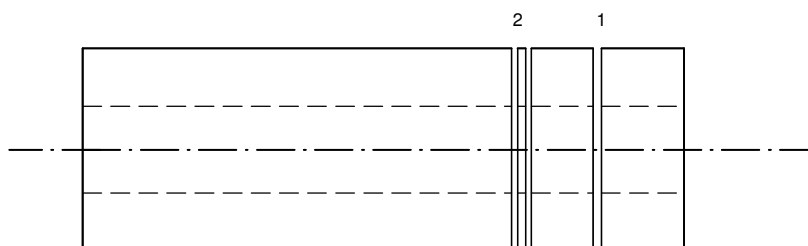
Detekovali jsme vady na katodách 70 a 76. Ručně jsme posouvali sondou, která byla připevněná do speciálního držáku. Při detekci vady se objevilo echo, jehož výška byla závislá na velikosti vady (u objemových vad je to velikost plochy rozhraní vady a okolního materiálu). Pomocí jemného posouvání a otáčení katody jsme se snažili detekovat místo, ve kterém je největší množství odražené akustické energie, tudíž předpoklad největší plochy detekované vady. Toto místo jsme označili pomocí křížků. Množství křížků nám určuje jestli se jedná o malou nebo větší vadu..např. 1 křížek→malá vada, 3 křížky→větší vada.

Kontrola vady pod mikroskopem

Kontrola se prováděla, abychom zjistili charakter vady a také jak se liší reálné rozměry vad od naměřených hodnot. Na vybraných místech katod s možností větší vady jsme se rozhodli udělat řez, a to v místě označeném např. třemi křížky. Řez jsme udělali co nejjemnější. To je důležité pro zachování vady. Řezání jedné katody trvalo téměř půl hodiny. Byly udělány čtyři řezy. Poté se všechny hotové řezy vybrousily na jemnost, kterou vyžadují metalografické výbrusy. Tenké vzorky se před vybroušením ještě musely zalít do dentakrylu (kvůli uchopení při broušení). Vybroušené vzorky jsme zkontrolovali pod mikroskopem a vyhodnotili.

Hodnocení katod

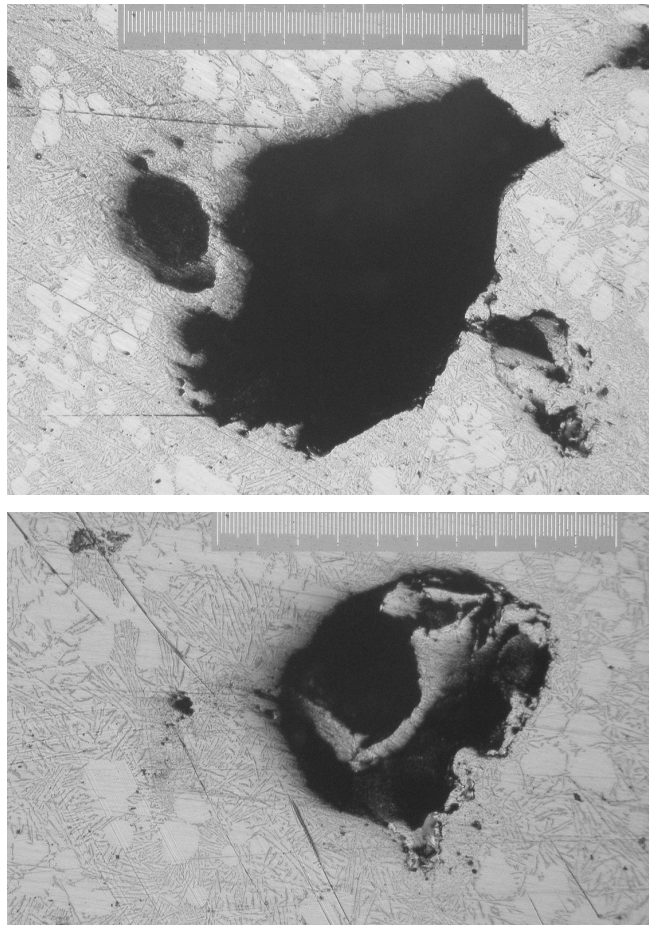
Katoda 70



Obr. 19 Řezy katody 70

Řez 1:

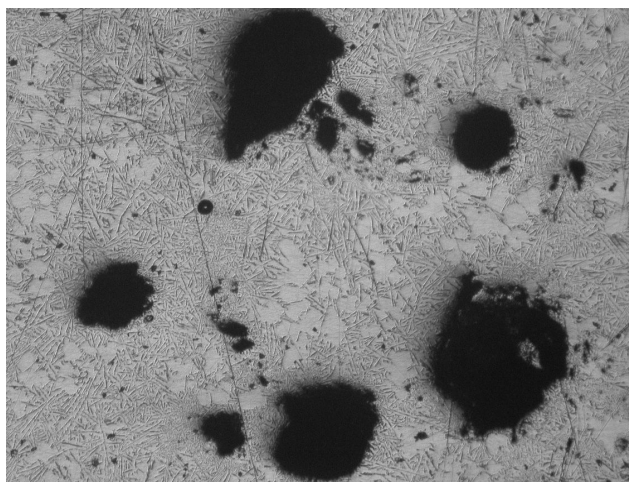
Nález: 2 vady, zvětšeno 50×



Obr.20 Dutinové vady s přiloženým pravítkem v prvním řezu katody 70

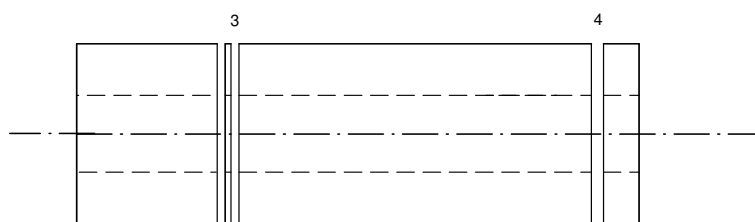
Řez 2:

Nález: 1 vada, zvětšeno 25×



Obr. 21 Dutinové vady druhém řezu katody 70

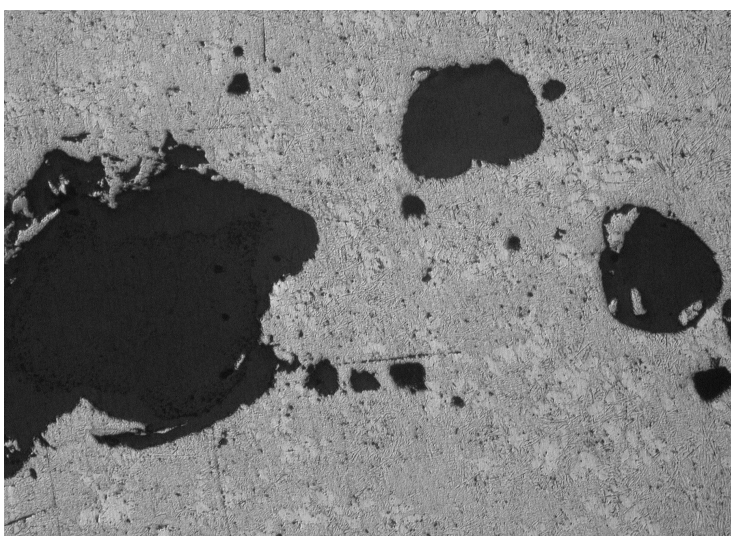
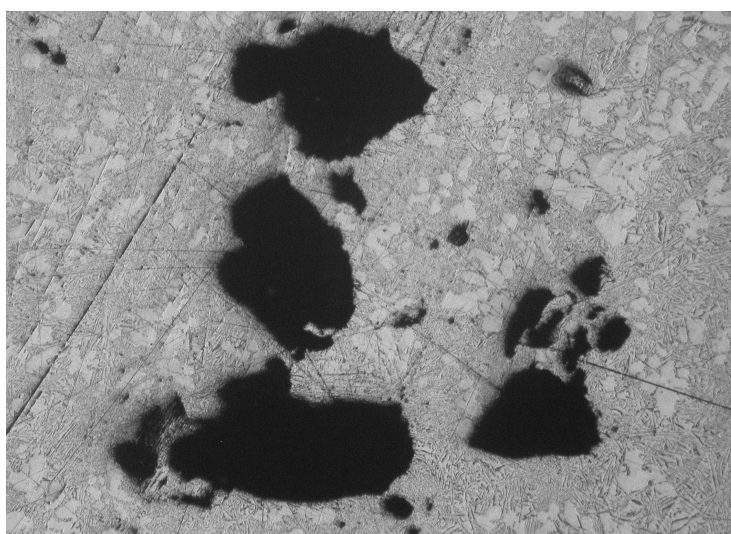
Katoda 76



Obr. 22 Řezy katody 76

Řez 3:

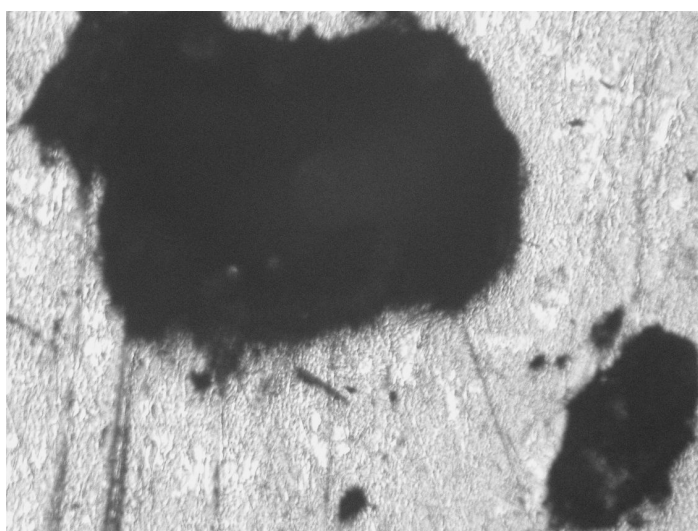
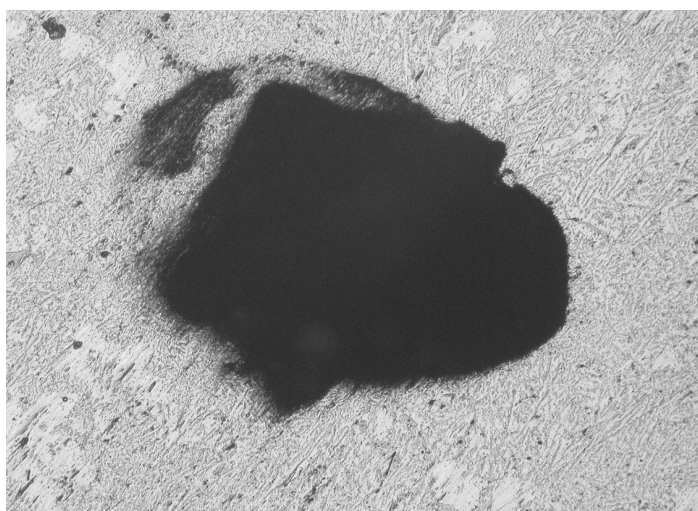
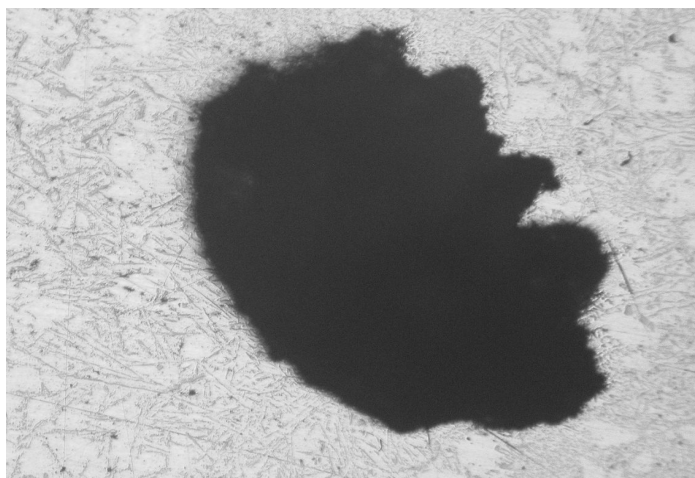
Nález: 2 vady, zvětšeno 25×



Obr. 23 Dutinové vady v třetím řezu katody 76

Řez 4:

Nález: 3 vady, zvětšeno 50×



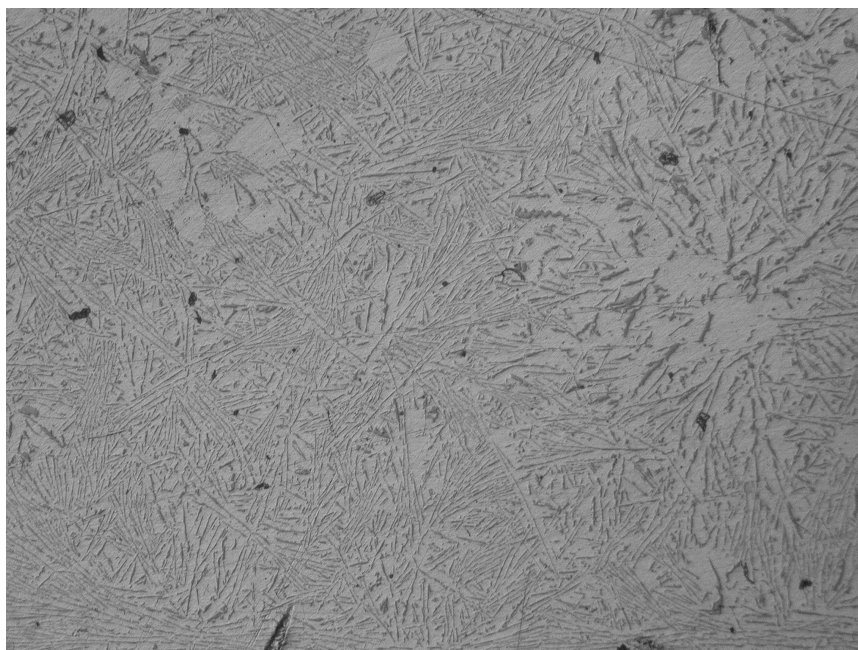
Obr. 24 Dutinové vady ve čtvrtém řezu katody 76

Zhodnocení:

Cílem kontroly pod mikroskopem bylo zjistit charakter vady a také vliv struktury na možnou přítomnost vady. Prakticky všechny detekované vady, u kterých se dělal řez, měly dutinový charakter (obr. 20 - 24). Z toho vyplývá, že největší procento vad tvoří dutiny. Ostatní vady se dají v poměru k dutinám zanedbat. Ale je třeba zmínit, že k přesnému číslu nemůžeme dojít. Abychom mohli přesně určit podíl jednotlivých vad, museli bychom udělat řezy na všech místech kde byla detekována vada, což není z důvodu četnosti vad možné. Také malé vady by mohly při řezání zcela vymizet.

Vliv struktury na přítomnost vady nebyl potvrzen, spíše naopak. Díky bublinám v tavenině se při tuhnutí materiálu znatelně mění struktura v jejich okolí, např. tyčinky křemíku jsou výrazně kratší až téměř tečkovité.

Při kontrole pod mikroskopem jsme zjistili značnou nehomogenitu ve struktuře (obr. 25), která může být způsobená např. špatnou modifikací materiálu. I to by mohlo mít podíl na vzniku dutiny.



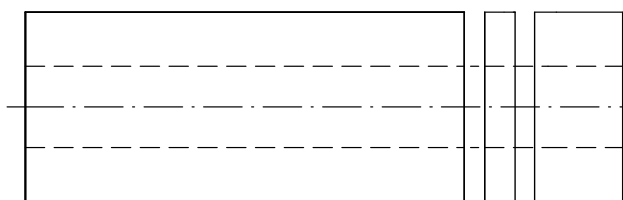
Obr. 25 Struktura lité katody

5.3. Detekce vad u tažených katod

Kontrola proběhla stejně jako u odstředivě litých katod přímou jednoduchou sondou, vyzařující kolmo a současně mimoběžně o úsek x k ose trubky. Po kontrole se katoda nařezala v místě, kde byla detekována vada. Opětovně byl proveden metalografický výbrus a kontrola pod mikroskopem. Hodnocení bylo provedeno pouze na jedné katodě.

Tažená katoda

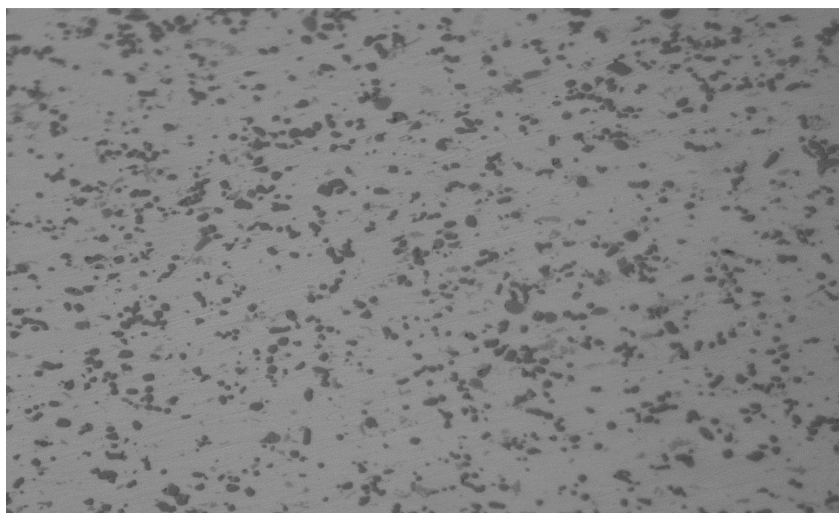
1



Obr. 26 Řez tažené katody

Řez 1:

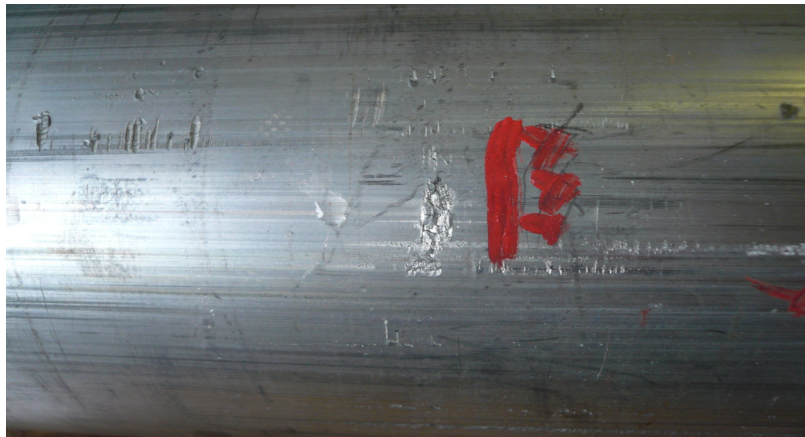
Nález : bez vady, zvětšeno 50× a 100×



Obr. 27 Struktura tažené katody

Zhodnocení:

I přesto, že jsme při ultrazvukové zkoušce detekovali vadu, nebyla v místě řezu žádná nalezena. To, že jsme získali vadové echo může být způsobeno poškozeným povrchem trubky (obr. 28).



Obr. 28 Špatný povrch trubky

Eutektická slitina měla oproti litým katodám homogenní strukturu tvořenou globulárními zrnky křemíku, které byly velice rovnoměrně uspořádány (obr. 27).

Podle výsledků ultrazvukové diagnostiky a kontroly struktury je jednoznačné, že katody vyrobené tažením jsou pro PVD povlakování vhodnější než lité. Neobsahují žádné dutiny a i podíl vměstků je vzácný. Riziko poškození pece je tudíž sníženo na absolutní minimum. Díky silně homogenní struktuře (která byla pravděpodobně vytvořena tepelným zpracováním po tažení) je pravděpodobná i vyšší jakost a kvalita výsledné nanesené vrstvi na povlakovaném nástroji.

5.4. Kvalita katod

Velice důležité pro firmu zabývající se povlakováním je, aby byla kvalita dodávaných katod co nejlepší. Dodavatel by se měl snažit zvyšovat kvalitu každým rokem. Velice důležitým faktorem kvality pro PVD povlakování je množství a velikost vad v katodách. Následující vyhodnocení by mělo nastínit, jaké bylo množství vad, jejich velikost a také jestli měl podíl vad v průběhu tří let klesající tendenci. Pro vyhodnocení byly použity výsledky Doc. Skrbka (tab.2 – 7).

Hodnocení litých katod:

Tab. 2 Výsledky měření z 19. 8. 2003

Katoda	Počet vad		
	2 mm	3 mm	nad 4 mm
A	11	2	1
B	2	0	0
C	2	0	0
D	7	2	0
E	2	0	0
F	4	0	0
G	1	0	0
H	0	0	0
I	1	1	0
J	2	0	0
K	2	0	0
L	1	0	0

Tab. 3 Výsledky měření z 1. 10. 2004

Katoda	Počet vad		
	2mm	3mm	nad 4 mm
29			1
30	1		
31	2	1	
32	2		
34	1		
36	1		
37	1		
38	1		
39		1	
41	1		
45		1	1
46	1	1	

Tab. 4 Výsledky měření z 4. 3 2005

Katoda	Počet vad		
	2 mm	3 mm	nad 4 mm
50	13	4	
51	3		
52	10	3	5
53	1		
54	6	2	
55	4		
56	6		
57	5		1
59	17	6	
60	4	1	2
61	3	1	

Tab. 5 Výsledky měření z 16. 4. 2005

Katoda	Počet vad		
	2 mm	3 mm	nad 4 mm
63	0	0	0
64	2	0	0
65	2	1	0
66	5	3	2
67	21	8	2
68	7	1	0
69	4	1	1
70	24	9	1
71	2	1	0
72	12	9	4
73	11	3	0
74	2	1	0
75	15	3	1
76	12	14	16

Tab. 6 Výsledky měření z 1. 7. 2005

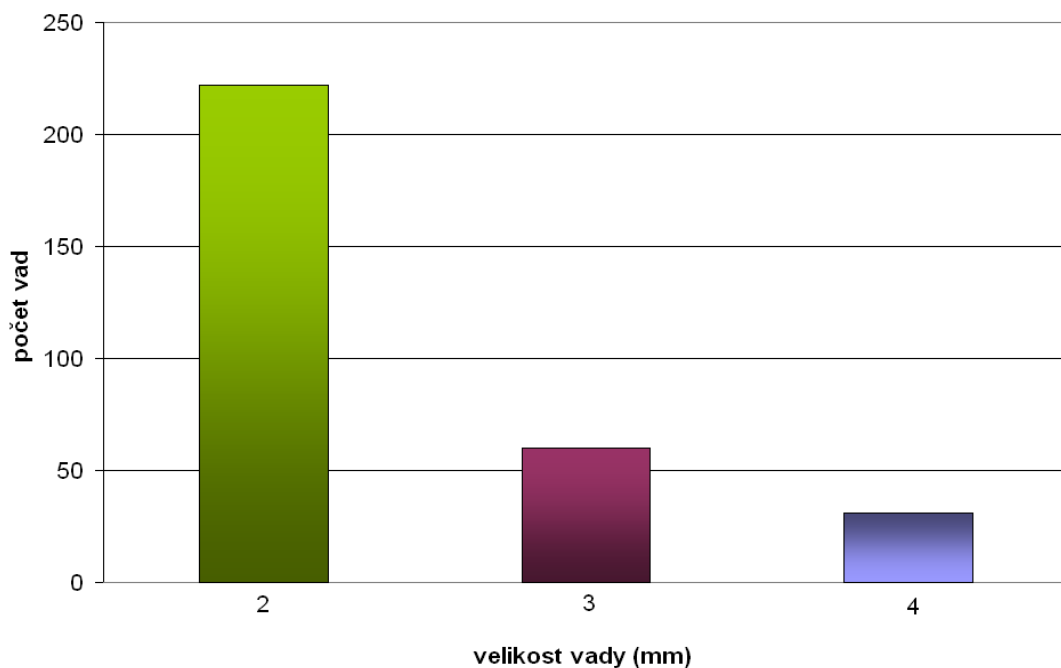
	Počet vad		
Katoda	2 mm	3 mm	nad 4 mm
79	2	0	0
80	6	0	0
81	4	1	0
82	5	0	0
83	3	1	0
84	6	0	0
85	6	1	0
86	14	5	0
87	10	4	1
X	8	1	0
Y	8	1	0

Tab. 7 Výsledky měření z 27. 10. 2005

	Počet vad		
katoda	2mm	3mm	nad 4mm
1	2	1	0
2	0	0	1
3	1	0	0
4	2	1	0
5	0	0	0
10	1	1	0
89	2	0	0
90	0	1	1
91	2	0	0
93	1	0	0
94	1	0	0
95	0	0	0
96	1	0	0
97	3	0	1
98	2	1	0
99	3	0	1

Pozn. Detekované vady neměly přesné velikosti 2, 3, 4 mm. Hodnoty v tabulce jsou zaokrouhleny k nejbližší hodnotě.

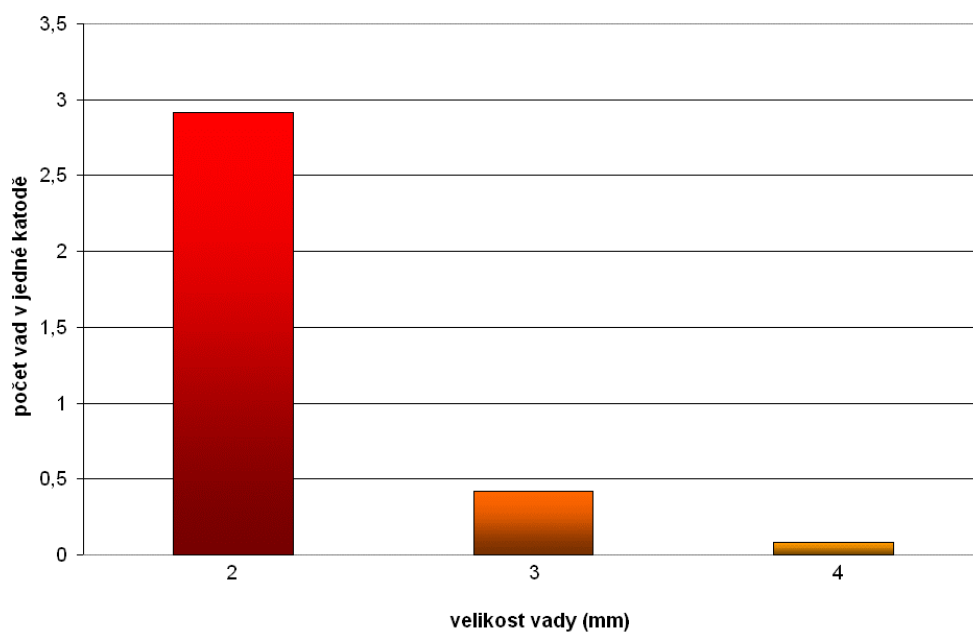
Graf (obr. 29) ukazuje, kolik vad konkrétní velikosti bylo obsaženo ve všech měřených katodách. Pro lepší představu o kvalitě dodávaných katod v jednotlivých letech slouží tabulka (tab. 8), kde je vidět průměrné množství vad na jednu katodu během jednotlivých let. Pod tabulkou jsou znázorňovací grafy (obr. 30-32).



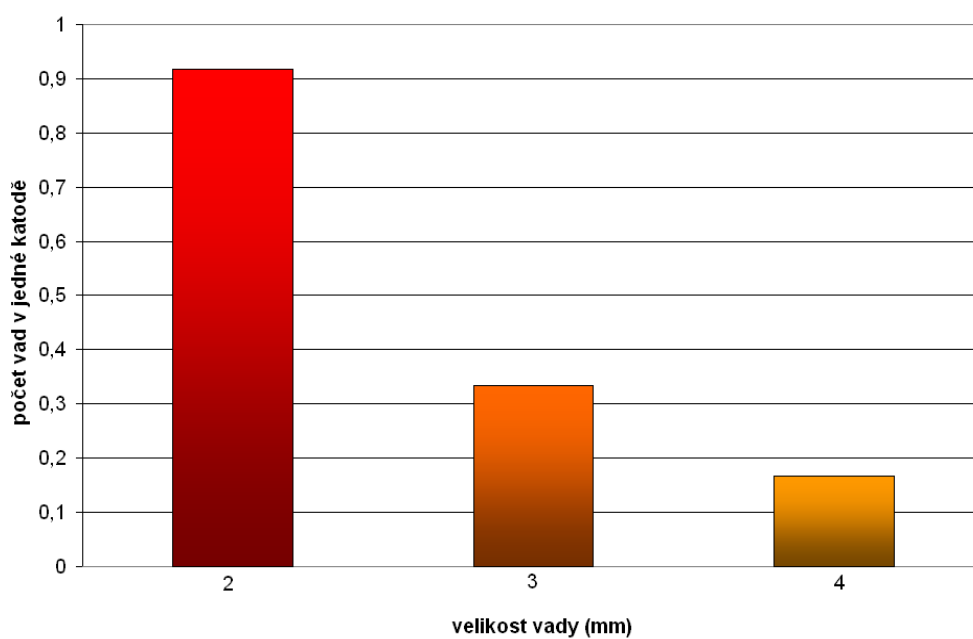
Obr. 29 Graf počtu jednotlivých vad v katodách

Tab. 8 Průměrný počet vad v jedné katodě

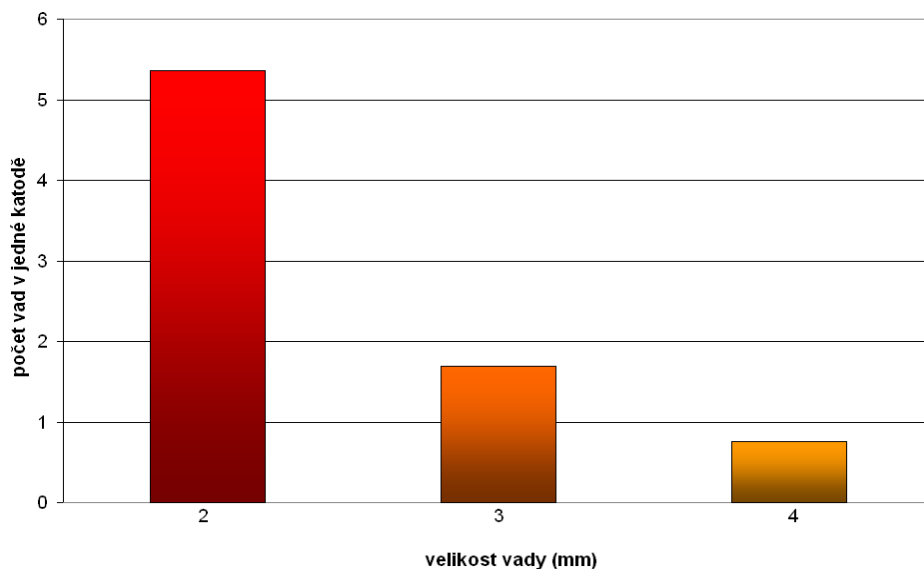
	Průměrný počet vad na jednu katodu		
Velikost vady	2 mm	3 mm	nad 4 mm
Rok 2003	2,9	0,4	0,1
Rok 2004	0,9	0,3	0,2
Rok 2005	5,4	1,7	0,8



Obr. 30 Graf průměrného počtu jednotlivých velikostí vad za rok 2003
rok 2004



Obr. 31 Graf průměrného počtu jednotlivých velikostí vad za rok 2004

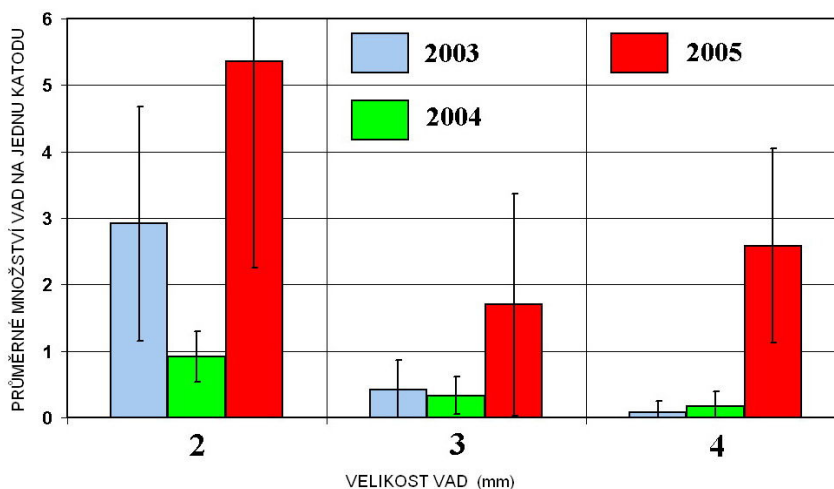


Obr. 32 Graf průměrného počtu jednotlivých velikostí vad za rok 2005

Zhodnocení:

Velikosti detekovaných vad byla od jednoho až přes čtyři milimetry. V grafech ani tabulkách nejsou uvedeny vady velikosti do jednoho milimetru. Vad této velikosti je ze všech nejvíce a s použitou technikou není možné všechny tyto vady spolehlivě detekovat. Dalo by se říct, že s rostoucí velikostí vad klesá jejich množství v katodě. Vad nad 4 milimetry je minimum. Na přesné hodnocení zlepšující se kvality katod by bylo potřeba více měření a vzorků. Z provedených měření je ale spíše patrné, že se kvalita katod **nezlepšuje**, spíše naopak. K hodnocení tažených katod nedošlo kvůli nenalezení vady.

Vyhodnocení významnosti rozdílů průměrného počtu vad



Obr. 33 Intervaly spolehlivosti u průměrného počtu vad.

5.5. Kritická velikost vady

Kritické místo se podle zadavatele nachází při vnitřní válcové ploše. Zbytkový průměr katody D_z je o 6mm větší jak vnitřní d . Za tohoto stavu nesmí katoda propustit vnitřní tlakovou chladicí vodu do vakuového prostoru pecní retorty. Mohlo by dojít k zaplavení komory, ohrožení turbomolekulární vývěvy a mohla by se výrazně ovlivnit kvalita vakua. Hodnocení velikosti vad tedy musí být soustředěno především mezi D_z a d . Jako kritickou velikost vady tedy můžeme zvolit zbytkovou velikost tloušťky stěny ve směru kolmém k ose katody. Za předpokladu, že se taková vada detekuje je nutné přijmout nezbytná opatření, např. se katoda odpaří na větší zbytkový průměr.

Jestliže se vada nachází v jiném místě, než je zbytková tloušťka katody, není tak nebezpečná, ale při větší velikosti může dojít k znehodnocení nanesené vrstvy, tj. k ovlivnění jejího chemického složení. Také by mohlo dojít k zmenšení životnosti katody, protože oblouk přednostně vyžírá dutiny. Jako kritickou velikost vady, která by mohla poškodit nanesenou vrstvu, volíme vadu velikosti 4 mm a více. Menší velikosti by neměly mít na výslednou vrstvu až takový vliv. Nejvíce může povlakovací cyklus ovlivnit vada typu dutiny (bubliny). Tato vada může poškodit výslednou vrstvu dvěma možnými způsoby:

- Změnou tlaku v povlakovací komoře (peci)
- Změnou reakční atmosféry v komoře

6. DISKUSE VÝSLEDKŮ A ZÁVĚR

a) Výhody a nevýhody ultrazvukové defektoskopie

Ultrazvuková defektoskopie patří k jedné z nejdůležitějších metod nedestruktivní kontroly vnitřních vad. Jako každá metoda má svoje klady a zápory. Za klady považuji: spolehlivou detekci vady a schopnost kontroly v provozu i u tvarově složitých objektů. Jako zápor bych pak viděl rozměrovou a tvarovou nepřesnost ultrazvukem detekované reálné vady. V našem případě, kde byly detekovány hlavně vady, které měly dutinový charakter, by bylo lepší použít zkoušku rentgenem. Získali bychom tím přesnější velikost a tvar. S ohledem na tvar a přístupnost vnitřního průměru katody však nemohla být zkouška rentgenem provedena

b) Kritická velikost vady

Pro určení kritické velikosti vady jsem se musel seznámit s mnoha aspekty důležitými pro PVD povlakování. Zjistil jsem, že kritická velikost vady je taková velikost reálné vady, která bezprostředně ovlivní funkčnost pece nebo kvalitu nanesené vrstvy. Funkčnost pece (povlakovací komory) by mohla ohrozit vada, která se vyskytuje u vnitřního průměru katody a má velikost zbytkové tloušťky stěny katody viz kap. 5.5. K Ovlivnění reakční atmosféry může dojít při rozevření dutiny, která má odlišnou atmosféru než je atmosféra v peci. Určit přesnou velikost kritické vady, která by s jistotou takto ovlivnila atmosféru a tím i kvalitu nanesené vrstvy je prakticky nemožné. Museli bychom znát přesnou velikost vady, tlak vní a atmosféru.

c) Reálné a náhradní vady

Při ultrazvukové defektoskopii není možné přesně stanovit velikost detekované vady (viz kap. 4.4).

Při našem měření byla velikost detekované vady většinou o něco menší, než odpovídalo velikosti náhradní vady měrky, a to i v případech kdy byla velikost ech od obou vad stejná. Rozdíl může být způsoben tím, že tvar povrchu reálné vady ve zkoušeném materiálu se liší oproti povrchu náhradní vady. Při ultrazvukové diagnostice přijme měnič sondy pouze ty vlny, které se odrazí od plochy kolmé na směr šíření vln. U reálných vad se hodně energie vlivem složitostí povrchu vady odrazí mimo měnič sondy. Z tohoto důvodu není možné přesně určit velikost reálné vady ani definovat přesný přepočtový vzorec.

d) Hodnocení kvality katod

Hodnocení kvality jsem prováděl na katodách vyhodnocovaných od roku 2003 do roku 2005. Cílem bylo zjistit zda se kvalita dodávaných katod lepší či nikoli. Z obr. 28 – 30 je patrné, že ke zlepšování nedochází, spíše naopak. Z tohoto důvodu udělal podnik SHM Šumperk dobře, když zvolil jiného dodavatele a jiný typ dodávaných katod (katody tažené).

e) Porovnání litých a tažených katod

Katody odstředivě lité a tažené se mezi sebou velice liší nejen obsahem vad, ale i strukturou. Lité katody měly velice heterogenní strukturu a poměrně velké množství dutinových vad. U tažené katody nebyla žádná dutinová vada detekována a struktura byla značně homogenní. Pro kvalitu nanesené vrstvy je tudíž tažená katoda lepší než litá.

SHRNUTÍ

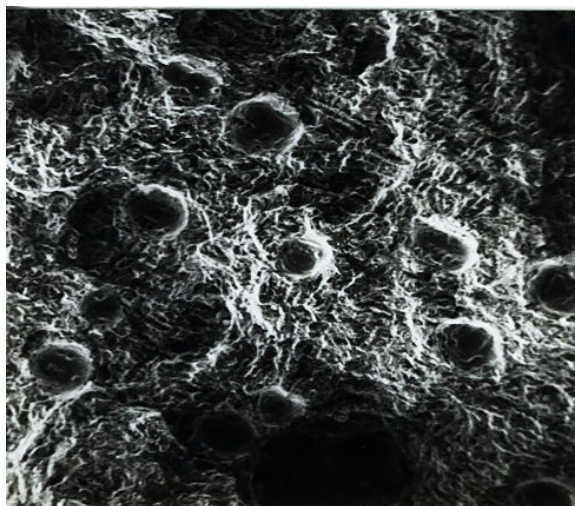
- Kritická velikost vady nejde s ohledem na řadu nezjistitelných faktorů přesně určit.
- Tažené katody se pro PVD povlakování hodí více než katody lité.
- Velikost reálné vady vyšla vždy menší, než velikost náhradní vady.
- Kvalita dodávaných katod se nelepšila, spíše naopak.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

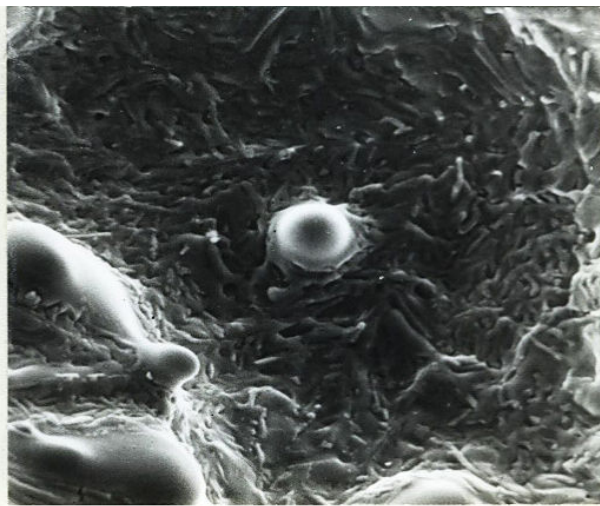
- [1] VĚCHET, M., KESL, J., ŠPIKA, L., EDER, V.: *Defektoskopie v otázkách a odpovědích*. 1. vyd., SNTL Praha, 1989, s.137-216.
- [2] OBRAZ, J.: *Zkoušení materiálu ultrazvukem*. 1. vyd., SNTL Praha, 1989.
- [3] KOVÁČIK, M., LUSTOŇ, M.: *Letná škola defektoskopie*. 1. vyd., Bratislava, 1989, DT-49/89.
- [4] HOLMANOVÁ, M., HOLEČEK, S., ŘEZNÍČEK, P.: *Metalografie slitin AlSi*. 1. vyd.
- [5] DUBENSKÝ, R., MINAŘÍK, V., ČERMÁK, F.: *Defektoskopie*. Ediční středisko ČVUT Praha, 1987, s. 55 -104.
- [6] *Zkoušení materiálu a výrobků ultrazvukem*, ČSN 01 50 22, Praha: Vydavatelství Úřadu pro normalizaci a měření, 1984.
- [7] *Povlakování 1990*. 1. vyd., Vsetín: ČSVTS, 1990.
- [8] CSELLE, T. aj.: *PVD technologie přípravy otěruvzdorných a kluzných vrstev v průmyslových podmínkách*. Jemná mechanika a optika 2006, č. 4, str. 96 – 112.
- [9] SKRBEK, B., ZINDULKA, O.: *Válcové AlSi PVD katody – kontrola a vliv nehomogenity na proces tepelného zpracování*. In Regulační technika a progresivní zařízení u tepelného zpracování. Praha: Asociace pro tepelné zpracování kovů. 2005, str. 141-147, ISBN 80- 239 5503 9.

PŘÍLOHA I.

Slévárenské vady AlSi slitin



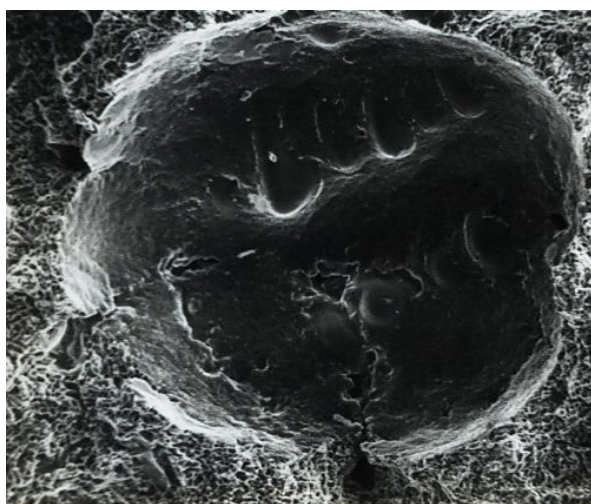
Obr. 91 SEM - F 35x



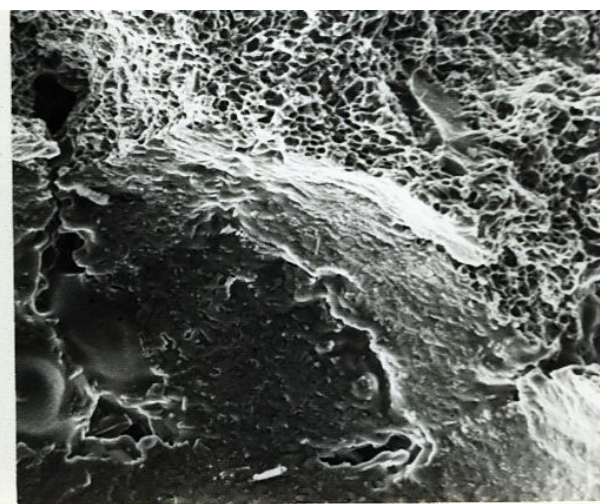
Obr. 92 SEM - F 800x

Obrázek 91 a 92 [4]

Lom stěnou odlitku s četnými vodíkovými bublinami. Na stěnách drobných kulovitých dutin jsou malé výstupky konců dendritických větví tuhého roztoku hliníku.



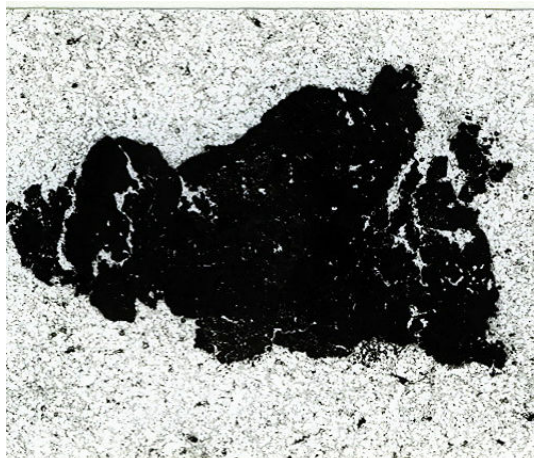
Obr. 93 SEM - F 150x



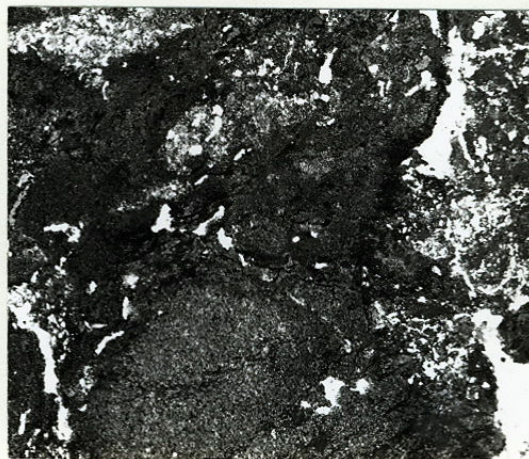
Obr. 94 SEM - F 250x

Obrázek 93 a 94 [4]

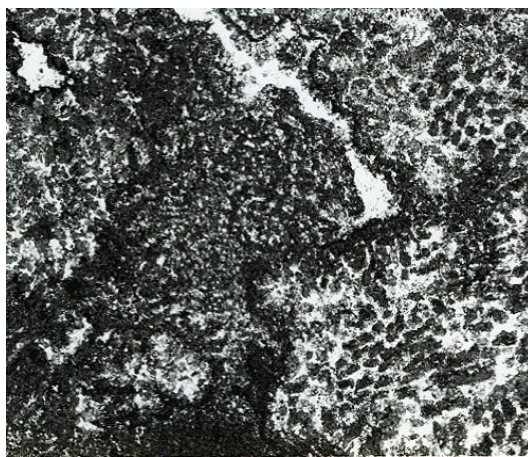
Vodíková bublina na lomové ploše odlitku litého pod nízkým tlakem. Je patrné, že slitina byla modifikována a odlitek tepelně zpracován.



Obr. 101 LM - 1 50x

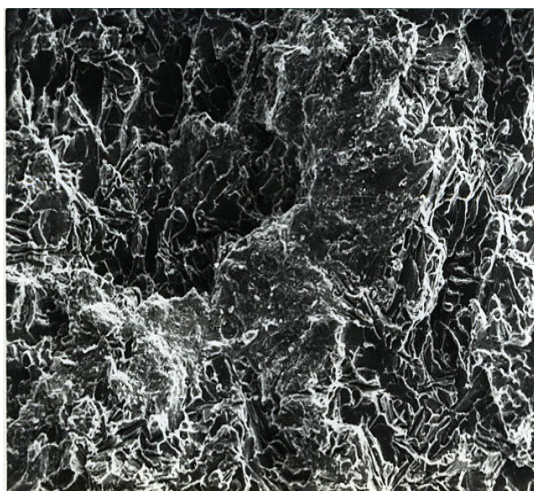


Obr. 102 LM - 1 400x

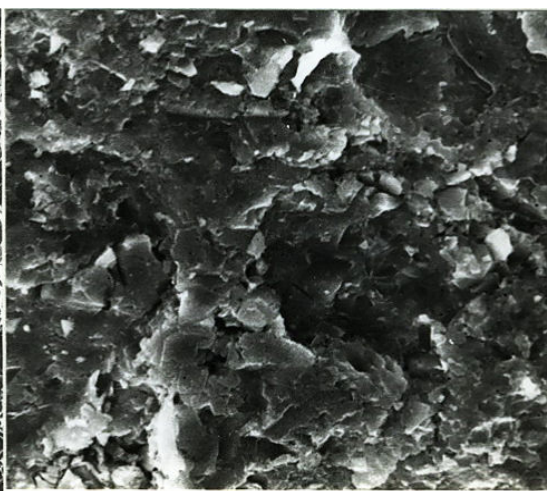


Obr. 103 LM - 1 400x

Obrázek 101 až 103 [4]
Kompaktní nekovové vměstky na ploše výbrusu



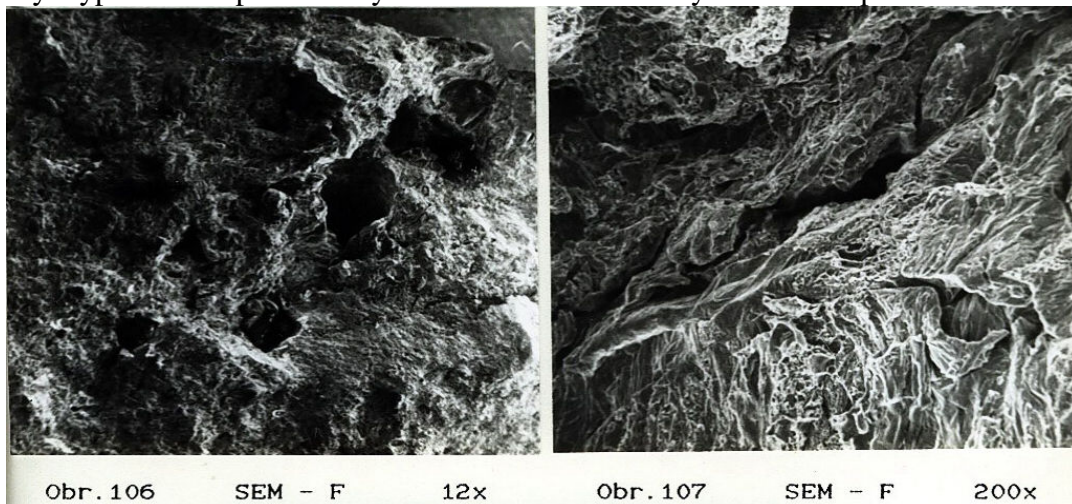
Obr. 104 SEM - F 100x



Obr. 105 SEM - F 1000x

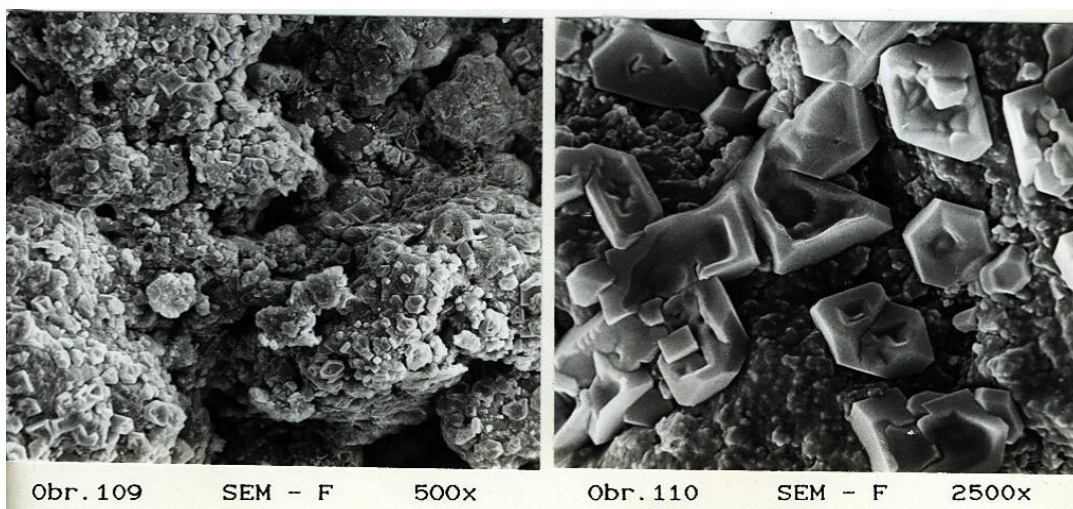
Obrázek 104 a 105 [4]

Tentýž typ vměstku pozorovaný rastrovacím elektronovým mikroskopem



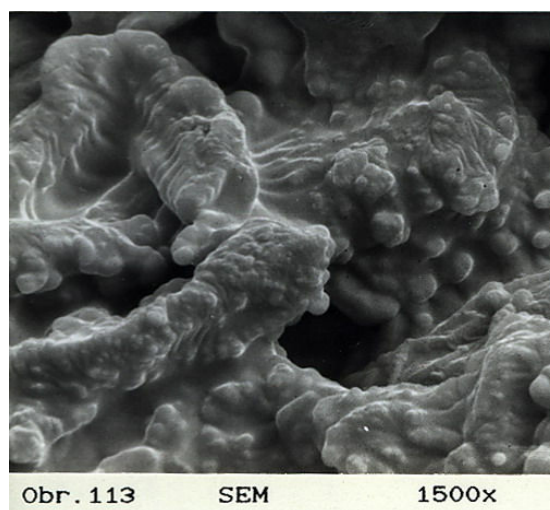
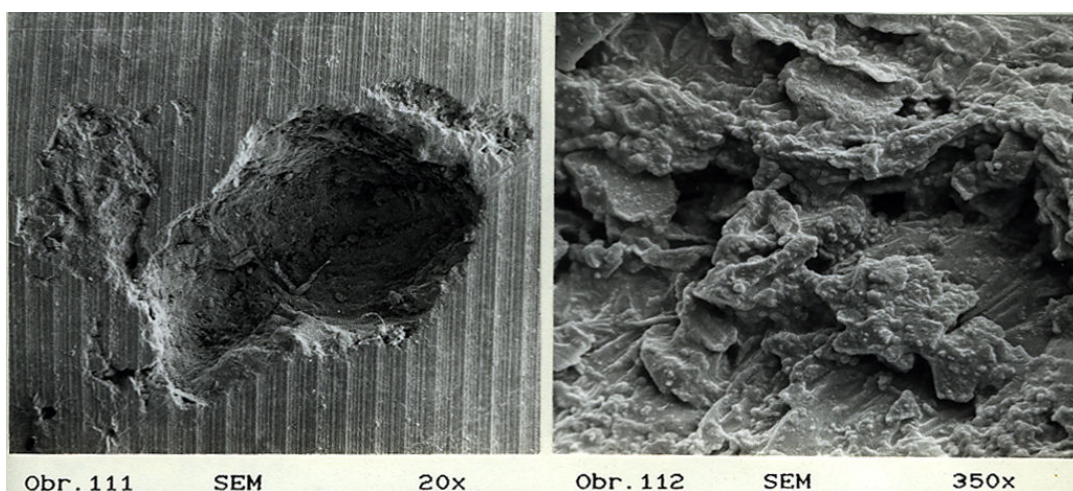
Obrázek 106 a 107 [4]

Materiál silně znečištěný nekovovými vměstky



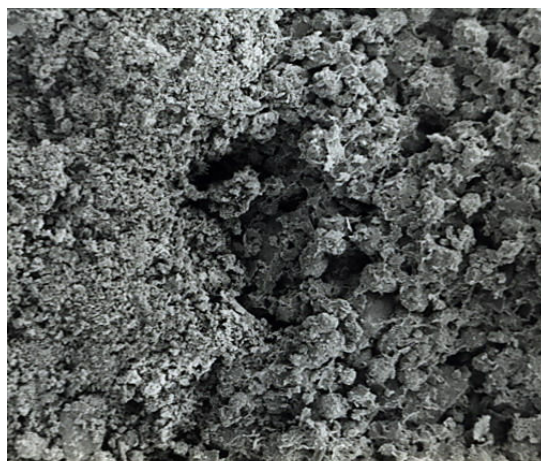
Obrázek 108 až 110 [4]

Příklad kompaktního nekovového vměstku na obrobené ploše

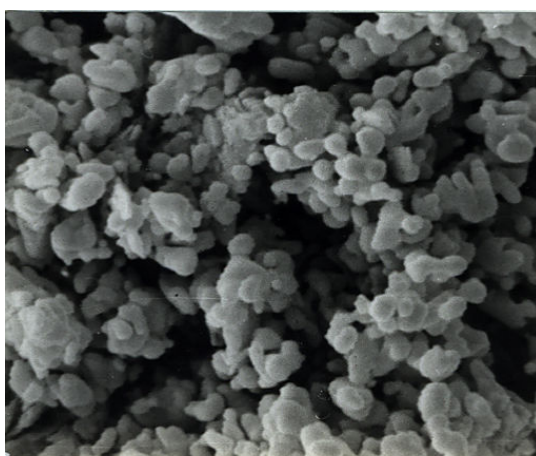


Obrázek 111 až 113 [4]

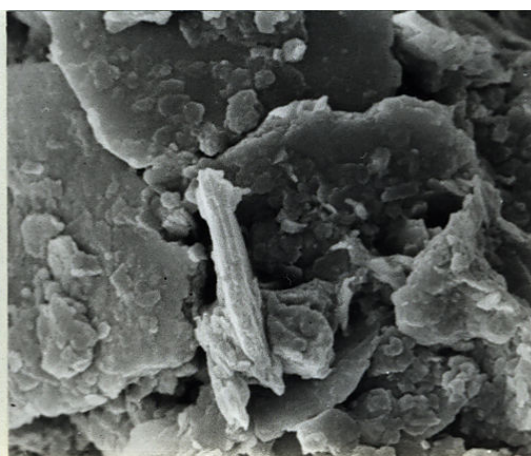
Příklad dutiny na obrobeném povrchu, která vznikla rozbitím a vyloupnutím nekovového vměstku.



Obr. 114 SEM - F 100x



Obr. 115 SEM - F 4000x



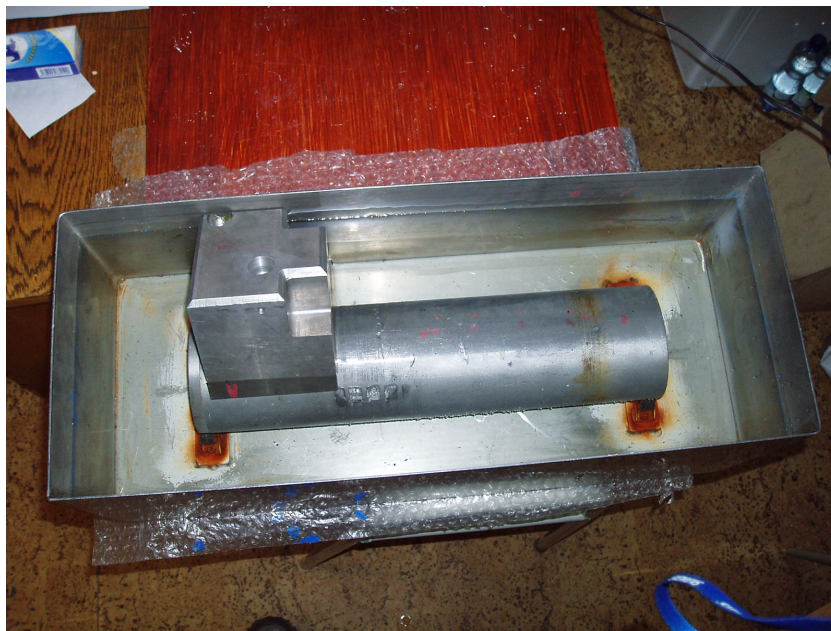
Obr. 116 SEM - F 2500x

Obrázek 114 až 116 [4]
Uměle připravený lom ztvrdlého nátěru formy.

PŘÍLOHA II.

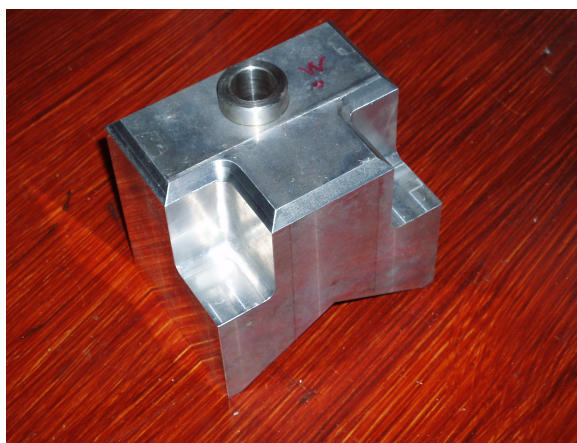
Fotografie z měření

Na obrázku a) je vidět nádoba s vodou, dále katoda a vedení. Vedení (prisma) na obrázku slouží sondě vyzařující kolmo a současně mimoběžně o úsek x k ose trubky, viz kapitola 4.3.1.



Obr. a) Katoda v nádobě s vodou.

Na obr b) je vedení pro přímou imerzní sondu s vyzařováním kolmo na osu válce, viz kapitola 4.3.3.



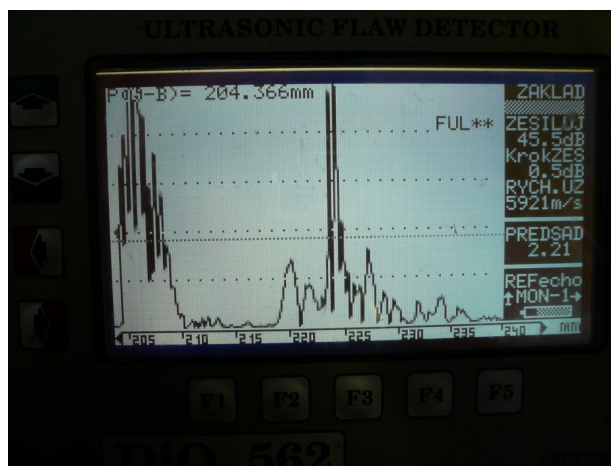
Obr. b) Vedení přímé sondy (vyzařování kolmo na osu).

Na obr c) je vedení pro přímou imerzní sondu na kontrolování příčných vad viz kapitola 4.3.2.



Obr. c) Vedení přímé sondy (mimoběžné vyzařování).

Na obr d) je vidět obrazovka ultrazvukového přístroje. Na obrazovce můžeme vidět vstupní a výstupní echa při měření přímou sondou vyzařující kolmo na osu válce.



Obr. d) Příklad výsledků měření.